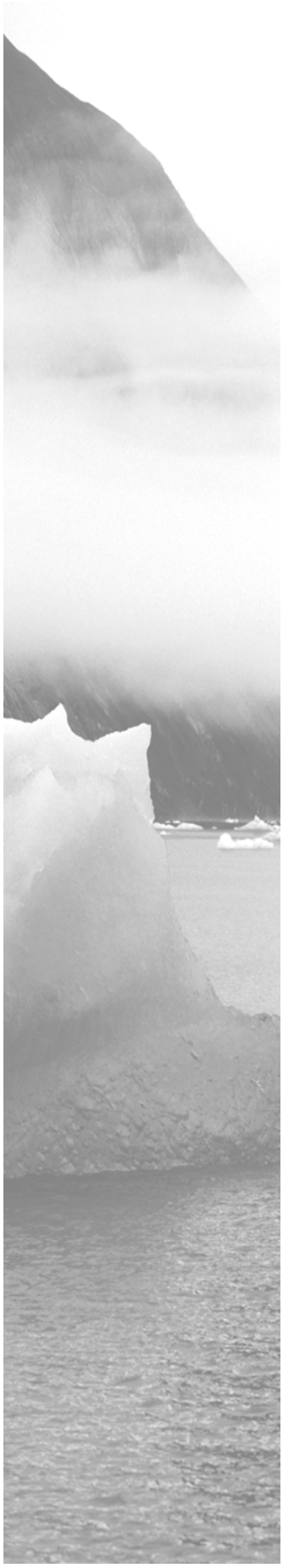
Fisher
Bioblock Scientific
Parc d'innovation - BP 50111 - F67403 illkirch cedex

**France**
tél 03 88 67 14 14
fax 03 88 67 11 68
email infos@bioblock.fr
www.bioblock.com

**Belgique / België**
tél 056 260 260
fax 056 260 270
email belgium@bioblock.com
www.bioblock.be

**España**
tfno 91 515 92 34
fax 91 515 92 35
email ventas@bioblock.com
www.es.fishersci.com



# Manuel d'instructions
# Lyophilisateur

## ALPHA 1-4 LSC

Références: 102041

## ALPHA 2-4 LSC

Références: 102042

Version 10.2003

**Manuel d'instructions**
**ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC**

Numéro de commande :

Numéro de série :

Pour tout renseignement, veuillez mentionner les numéros ci-dessus.

Adresse du service après-vente :

## Préface

Cher client,

Félicitations pour avoir choisi un lyophilisateur CHRIST.

Le lyophilisateur **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC** est équipé d'options conviviales qui vous en faciliteront l'utilisation.

Le lyophilisateur **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC** nouvellement conçu est un lyophilisateur à usage universel de CHRIST pour les laboratoires, les départements R&D et les instituts scientifiques. La gamme d'accessoires éprouvés permet de configurer l'appareil en fonction de l'application désirée. Grâce à cette gamme d'accessoires pratiques et universels, le lyophilisateur peut être utilisé pour pratiquement toutes les applications de lyophilisation dans des flacons à fond rond, des coupelles, des ampoules, des flacons d'injection, etc.

Le système de contrôle convivial LSC (Lyo-Screen-Control) permet une commande intuitive et représente un avantage particulier :

- Affichage 1/4 VGA LCD
- Interface utilisateur graphique avec commande à bouton unique
- Représentation bien disposée des données du processus les plus importantes
- Entrée de 30 programmes de lyophilisation max. sous forme de tableau (disponible en option)
- Logiciel WINDOWS NT disponible en option

Ce lyophilisateur offre une gamme de fonctions étendue pour une grande variété d'applications pratiques.

Nous vous remercions de votre confiance et vous souhaitons tout le succès possible dans vos applications de lyophilisation.

# Contents


**1. Informations générales 1**

1.1. Introduction ....1
1.2. Applications....2
1.3. Caractéristiques techniques du lyophilisateur ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC ....3
1.4. Normes et réglementations....6
1.5. Règles de sécurité ....7
1.5.1. ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation ! ....7
1.5.2. ATTENTION ! Solvants ! ....7
1.5.3. CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l'appareil !....7
1.5.4. ATTENTION ! Gelures aux membres !....7
1.5.5. IMPORTANT ! Instructions pour le transport !....8
1.6. Programmes de lyophilisation interdits ....9

**2. Généralités sur la lyophilisation 11**

2.1. Généralités sur la lyophilisation ....11
2.2. Préparation....14
2.3. Congélation....14
2.4. Dessiccation primaire....15
2.5. Dessiccation sécondaire ....19
2.6. Fin du séchage et mise à l'atmosphère....20
2.7. Dégivrage....20

**3. Description des processus de lyophilisation 23**

3.1. Congélation et lyophilisation à l'intérieur du piège (processus A) sur un plateau chauffant ....23
3.2. Congélation à part et lyophilisation à l'extérieur du piège (processus B) sur des plateaux chauffants....24
3.3. Congélation à part et lyophilisation à l'extérieur du piège (processus B) avec système de bouchage....26
3.4. Congélation à part et lyophilisation de liquides dans des flacons ....27
3.5. Congélation à part et lyophilisation de liquides dans des ampoules (processus B)....28

**4. Installation et mise en service 31**

4.1. Emplacement....31
4.2. Raccordement au secteur....31
4.3. Fusibles....32
4.4. Vérification de la connexion à la terre....32
4.5. Aération....32
4.6. Condensat et eau de dégivrage....32
4.7. Echappement de la pompe à vide ....32
4.8. Mise en service initiale....33

4.8.1. Eléments de contrôle et composants fonctionnels ..... 34
4.8.2. Raccordement de la pompe à vide et installation des composants accessoires ..... 35
4.8.3. Mise en marche ..... 40

**5. Système de contrôle LSC 41**

5.1. Introduction ..... 41
5.1.1. Le panneau de commande LSC ..... 41
5.1.2. Brève description de la commande ..... 42
5.2. Les composants visuels du système de contrôle LSC ..... 43
5.2.1. Barre de menu ..... 43
5.2.2. Zone de fenêtre ..... 44
5.2.3. La barre d'état ..... 50
5.3. Touches de fonction ..... 50
5.4. Mode manuel ..... 52
5.4.1. Procédé pour l'entrée des valeurs de consigne dans le mode manuel ..... 53
5.4.2. Valeurs de consigne pour la congélation manuelle ..... 54
5.4.3. Valeurs de consigne pour la dessiccation manuelle et la dessiccation sécondaire ..... 55
5.5. Module de programmation (option) ..... 56
5.5.1. Généralités ..... 56
5.5.2. Nouveau programme ..... 57
5.5.3. Modifier un programme ..... 57
5.5.4. Ouvrir un programme ..... 59
5.5.5. Copier un programme ..... 60
5.5.6. Effacer un programme ..... 60
5.6. Système d'information du processus et de l'appareil ..... 61
5.6.1. Messages et renseignements ..... 62
5.7. Options ..... 64
5.7.1. Informations ..... 64
5.7.2. Contraste de l'affichage ..... 64
5.7.3. Langue ..... 65
5.7.4. Modifier la date et le temps ..... 65
5.7.5. Intervalles de maintenance pour la pompe à vide ..... 66
5.7.6. Processus ..... 67
5.7.7. Débloquage ..... 68
5.7.8. Sécurité ..... 68
5.7.9. Calibration du système ..... 69
5.8. Guide bref intégré ..... 70

**6. Instructions pour corriger des erreurs 71**

6.1. Coupure de courant ..... 71
6.2. Vide insuffisant ..... 71
6.3. Le'appareil ne fonctionne pas ..... 73
6.4. Le chauffage ne fonctionne pas ..... 73
6.5. Le ventilateur (piège) ne fonctionne pas ..... 73
6.6. Température du condenseur ou du plateau insuffisante ..... 74
6.7. Le système d'information du processus et de l'appareil ..... 74
6.7.1. Messages d'erreur ..... 74

**7. Maintenance et nettoyage 79**

7.1. Piège du condenseur ..... 79
7.2. Codenseur ..... 79

7.3. Ajustage et maintenance du capteur de vide TPR010 ....79
7.4. Robinets en caoutchouc ....80
7.5. Pompe à vide ....80
7.6. Filtre d'échappement ....80
7.7. Nettoyage ....81
7.7.1. Nettoyage du lyophilisateur ....81
7.7.2. Nettoyage des accessoires ....81
7.7.3. Entretien du purgeur d'air et de la vanne de vidange ....82
7.7.4. Désinfection de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires ....82
7.7.5. Vérifications par l'utilisateur ....82

**8. Options 83**

8.1. Système de contrôle du processus LPC-16, logiciel ....83
8.2. Système de contrôle du processus LPC-16, logiciel avec matériel (PC) ....83
8.3. Contrôle d'augmentation de pression ....83
8.4. Module de programmation ....83
8.5. Enregistreur de données ....83

**9. Annexe 85**

# 1. Informations générales

## 1.1. Introduction

**Qu'est-ce que la lyophilisation?**

**Lyophilisation signifie** : extraction de l'eau d'un produit congelé. Le séchage est réalisé en évitant de passer par l'état liquide, par sublimation, c'est-à-dire par passage direct de l'état de glace à l'état de vapeur d'eau. Ceci est réalisé sous vide avec une température du produit inférieure à -10°C.

**Le but de la lyophilisation** est d'obtenir un produit facilement soluble dans l'eau et qui, après addition d'eau, présente les mêmes caractéristiques que le produit d'origine.

Le fait que le séchage soit effectué à l'état congelé sous des températures très basses rend possible le séchage, par exemple, de l'albumine, qui reste cependant soluble dans l'eau. De même, la plupart des autres composants chimiques ne subiront aucune modification qualitative ou quantitative.

**Par la lyophilisation**, le matériel d'origine principalement biologique - comme les tissus, les extraits tissulaires, les bactéries, les vaccins et le sérum - est transformé en produit sec. Les changements enzymatiques, bactériens et chimiques sont considérablement réduits par ce procédé.

La lyophilisation est également le procédé qui ménage le plus la conservation des propriétés biologiques des tissus et composants tissulaires fragiles.

De plus, la lyophilisation convient particulièrement au séchage des matériaux inorganiques si la surface des particules ne doit pas être changée, par exemple lors du séchage des dispersions nanométriques.

# 1.2. Applications

Le lyophilisateur **ALPHA 1-4 / ALPHA 2-4 LSC** est un appareil de laboratoire et de pré-production universel de haute performance permettant de lyophiliser des produits solides ou liquides dans des ampoules, des bouteilles, des ballons en verre, des bouteilles de plasma ou des coupelles. Selon les configurations, les différentes étapes du processus de lyophilisation sont réalisables dans l'appareil :

- Congélation des produits
- Lyophilisation (sublimation) des produits à des températures et des pressions limites définies par l'utilisateur
- Dessiccation secondaire des produits à des températures limites définies par l'utilisateur et à un vide final élevé pour l'élimination de l'eau fixée capillairement et moléculairement

Le lyophilisateur **ALPHA 1-4 / ALPHA 2-4 LSC** convient à la lyophilisation de, par exemple, cultures de bactéries et de virus, plasma sanguin, fractions de sérum, anticorps, sérum, vaccins et produits pharmaceutiques comme le chloramphénicol, la streptomycine, les vitamines, les ferments ainsi que les extraits de plantes pour les examens biochimiques.

# 1.3. Caractéristiques techniques du lyophilisateur ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC

| Données de capacité | ALPHA 1-4 LSC | ALPHA 2-4 LSC |
|---|---|---|
| | | |
| Capacité du condenseur : | max. 4 kg | max. 4 kg |
| | | |
| Performances du condenseur : | max. 4 kg/24 h | max. 4 kg/24 h |
| | | |
| Température du condenseur : | environ –55°C | environ –85°C |
| | | |
| Température des plateaux lors de la congélation et lors du séchage dans le piège (processus A) : | environ de -25°C à +99°C | environ de -50°C à +99°C |
| | | |
| Température des plateaux lors du séchage à l'extérieur du piège (processus B) : | température ambiante à +99°C maximum | température ambiante à +99°C maximum |
| | | |
| Surface de plateaux max. pour le séchage dans le piège (processus A) : | 1 plateau Ø200 ▵ 0,031 $m^2$ | 1 plateau Ø200 ▵ 0,031 $m^2$ |
| | | |
| Surface de plateaux max. pour le séchage à l'extérieur du piège (processus B) : | 10 plateaux, Ø200 ▵ 0,031 $m^2$ par plateau<br>ou<br>5 plateaux, Ø375 ▵ 0,110 $m^2$ par plateau | 10 plateaux Ø200 ▵ 0,031 $m^2$ par plateau<br>ou<br>5 plateaux, Ø375 ▵ 0,110 $m^2$ par plateau |

| | | |
|---|---|---|
| Surface de plateaux max. pour le séchage dans des flacons d'injection (glass vials) avec bouchage sous vide ou sous atmosphère d'azote à l'extérieur du piège (processus B) : | 4 plateaux, Ø250 ▵ 0,045 $m^2$ par plateau | 4 plateaux, Ø250 ▵ 0,045 $m^2$ par plateau |
| | | |
| Séchage dans des flacons à fond rond ; tenir compte de la capacité du condenseur max. de 4 kg (processus B) : | 12 pièces ou 24 pièces | 12 pièces ou 24 pièces |
| | | |
| | | |
| **Autres caractéristiques (sans pompe à vide) :** | | |
| | | |
| Dimensions de l'appareil : | largeur : 390 mm<br>hauteur : 415 mm<br>profondeur : 555 mm<br>(connexion de la bride de vide incluse) | |
| | | |
| Poids : | environ 48 kg | environ 60 kg |
| | | |
| Emissions sonores selon DIN 45635: | 54 dB (A) | 54 dB (A) |
| | | |
| Comptabilité électro magnétique selon EN 55011 | classe B | classe B |
| | | |
| | | |
| **Quantités de remplissage :** | | |
| | | |
| Réfrigérant : | voir étiquette à l'arrière de l'appareil | voir étiquette à l'arrière de l'appareil |
| | | |

| | | |
|---|---|---|
| **Alimentation électrique avec pompe à vide 0,4 KVA :** | | |
| | | |
| Connexion électrique : | 230 V / 50 – 60 Hz (autres sur demande) | 230 V / 50 – 60 Hz (autres sur demande) |
| | | |
| Consommation de puissance max. : | 1,84 KVA | 2,53 KVA |
| | | |
| Courant max. : | 8,0 A | 11,0 A |
| | | |
| Protection par fusibles : | 10,0 A | 12,0 A |
| | | |
| Température ambiante : | catégorie de climat : SN +10°C à +32°C (températures supérieures sur demande) | catégorie de climat : SN +10°C à +32°C (températures supérieures sur demande) |
| | | |
| | | |
| **Connexions de l'appareil :** | | |
| | | |
| Connexion au vide : | petit embout à bride DN 25 KF (ISO 28403, DIN 2861) | petit embout à bride DN 25 KF (ISO 28403, DIN 2861) |
| | | |
| Vanne de vidange : | embout pour tuyau DN 10 (diamètre extérieur de 12 mm) | embout pour tuyau DN 10 (diamètre extérieur de 12 mm) |
| | | |
| Purgeur d'air : | embout pour tuyau DN 4 (diamètre extérieur de 8 mm) | embout pour tuyau DN 4 (diamètre extérieur de 8 mm) |

**Sont inclus dans la livraison :**

- 1 tube de graisse à vide
- 1 litre d'huile pour la pompe à vide (seulement si une pompe est livrée)
- 1 jeu d'éléments de bride et divers outils pour l'entretien et la maintenance de l'appareil
- 0,5 m de tuyau de vidange (silicone 9 x 12 mm)
- 1 manuel d'instructions et documentation technique détaillée
- Mise en service (seulement à l'intérieur de l'Allemagne)

**Sont exclus de la livraison :**

- La pose du tuyau d'échappement pour la pompe à vide (pas nécessaire avec un filtre d'échappement)

## 1.4. Normes et réglementations

Se reporter à la déclaration de conformité EU jointe.

# 1.5. Règles de sécurité

## 1.5.1. ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation !

Certaines pièces sous tension étant accessibles dans l'appareil, débrancher le cordon d'alimentation avant d'ouvrir les panneaux latéraux ou avant de démonter le panneau de commande.

Pour sa maitenance, l'appareil doit ètre mis hors tension avec le commutateur d'alimentation.

## 1.5.2. ATTENTION ! Solvants !

Les produits acides ou contenant une forte concentration en solvant ne peuvent pas être séchés sans mesures de protection et dispositifs spéciaux comme par exemple un piège de refroidissement pour protéger la pompe à vide (si nécessaire vérifier auprès du fabricant).

L'utilisation d'azides demande des mesures de sécurité particulières car un dangereux agent explosif se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux ! Il est indispensable de consulter notre entreprise !

## 1.5.3. CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l'appareil !

Pour les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives, respecter les règles de sécurité correspondantes.

## 1.5.4. ATTENTION ! Gelures aux membres !

Pendant le fonctionnement du lyophilisateur, des situations dangereuses peuvent survenir au niveau du piège. Pendant l'installation des plateaux, faire attention à éviter tout contact des membres avec le condenseur car ils pourraient geler en surface. Les membres ne peuvent être alors décollés qu'en apportant de la chaleur. Ne pas utiliser de liquide.

## 1.5.5. IMPORTANT ! Instructions pour le transport !

Conserver l'emballage pour un transport ultérieur.

Le lyophilisateur doit être porté par deux personnes en le tenant par le dessous des deux côtés.

AVERTISSEMENT : Pendant le transport ou la dépose de l'appareil, ne pas tenir le panneau de commande en plastique. Remarque : faire attention à ne pas s'écraser les doigts en posant l'appareil sur une surface.

**CORRECT**

**MAUVAIS**

# 1.6. Programmes de lyophilisation interdits

1. Utilisation d'un lyophilisateur incorrectement installé.
2. Utilisation sans panneaux latéraux.
3. Utilisation par une personne non habilitée.
4. Utilisation avec des plateaux incorrectement installés.
5. Utilisation avec des substances hautement corrosives. Ne pas lyophiliser ces substances ou uniquement en prenant des mesures de sécurité spéciales. Ces substances ne doivent pas endommager les matériaux et affecter la résistance mécanique du piège, de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires.
6. Utilisation avec des accessoires non autorisés par le fabricant, sauf pour des récipients de lyophilisation commerciale en verre ou plastique. L'utilisation de produits de mauvaise qualité est déconseillée. Le bris de verre ou l'éclatement de récipients peut créer des situations dangereuses pendant la lyophilisation.
7. Utilisation dans des zones présentant un risque d'explosion.
8. Ne pas cogner ou déplacer le lyophilisateur pendant le fonctionnement. Ne pas se pencher ou s'appuyer sur le lyophilisateur.
9. Ne pas placer de matériaux potentiellement dangereux, par exemple des récipients en verre contenant des liquides, à proximité du lyophilisateur.
10. Ne pas sécher de produits pouvant réagir en présence d'énergie élevée pendant le programme de lyophilisation.
11. Ne pas lyophiliser de substances explosives ou hautement inflammables.
12. Les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives doivent être lyophilisées uniquement dans des récipients appropriés

# 2. Généralités sur la lyophilisation

## 2.1. Généralités sur la lyophilisation

La lyophilisation constitue la procédure la plus douce pour déshydrater les produits biologiques et chimiques. Elle est basée sur le phénomène physique de la sublimation, c'est à dire le passage direct de l'état solide à l'état gazeux. Le produit congelé est placé dans la chambre de dessiccation à vide. Le condenseur peut être décrit comme une pompe à vapeur car l'humidité qui s'évapore sous vide pendant la phase de lyophilisation gèle sur le condenseur. La pompe à vide est par conséquent prévue pour retirer uniquement l'air de la chambre de dessiccation (= pompe à gaz) et non les vapeurs. Afin de démarrer le processus de sublimation, il faut apporter de la chaleur au produit. Ceci se fait pendant la lyophilisation dans des flacons à fond rond ou dans des flacons à col large, etc. par l'intermédiaire de l'environnement plus chaud (contact thermique direct), sur les plateaux non chauffés par le rayonnement thermique provenant de l'environnement et directement par les plateaux s'ils sont chauffés. Lorsque "l'eau libre" a été retirée du produit, il est également possible de retirer l'eau liée par adsorption à l'aide d'un vide très poussé. Cette partie du processus de la lyophilisation est appelée dessiccation secondaire (désorption).

Les composants de base du lyophilisateur sont:

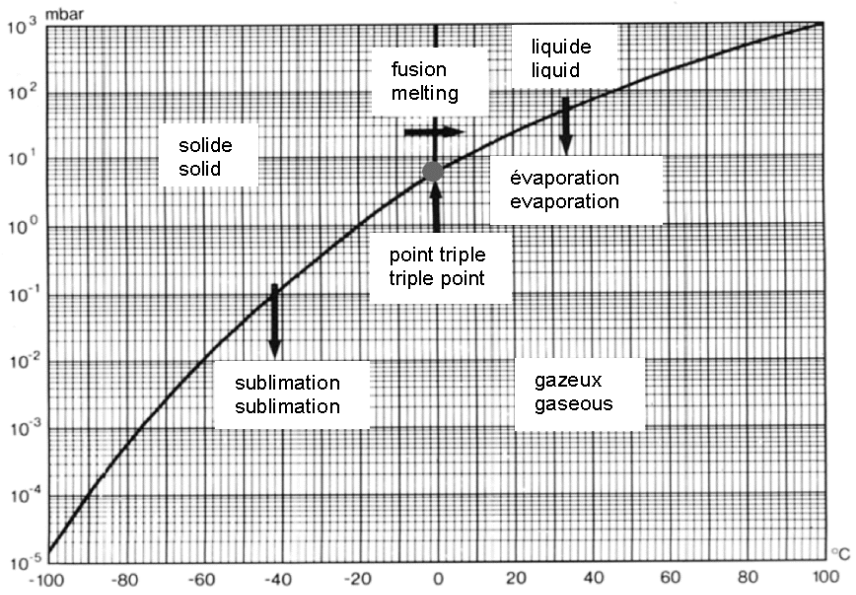
- Chambre de dessiccation à vide avec dispositif de chauffage
  a) plateaux chauffants ou non pour lyophilisation en coupelles
  b) plateaux avec système de bouchage pour lyophilisation en bouteilles
  c) robinets en caoutchouc pour raccorder des flacons à fond rond, flacons à col large, etc.
  d) manifold pour raccorder des flacons à fond rond, flacons à col large, etc.

- Pompes à air et vapeur d'eau
  a) pompe à vide pour évacuer la chambre de dessiccation **(= pompe à gaz)**
  b) condenseur avec températures de -50°C à -105°C (suivant le type d'appareil) pour condenser la vapeur d'eau **(= pompe à vapeur)**

**Sublimation**

Le principe de la sublimation est brièvement expliqué à l'aide du diagramme d'équilibre de l'eau (lyophilisation de solutions principalement aqueuses, voir courbe de pression de vapeur). Si la pression atmosphérique est supérieure à 6,11 mbar, l'eau passe par les trois phases (solide, liquide, gaz) lorsque la température baisse ou augmente. A 6,11 mbar, la courbe de pression de fusion, la courbe de pression de vapeur et la courbe de pression de sublimation se rencontrent en un point, le point triple. A ce point, les trois phases sont présentes simultanément. En dessous de ce point, c'est à dire lorsque la pression est inférieure à 6,11 mbar, la glace passe directement de la phase solide à la phase gazeuse en atteignant la courbe de pression de sublimation (courbe de pression de vapeur sur glace).

**Courbe de pression de vapeur pour la glace et l'eau**




**1mbar = $10^2$Pa**

## Tableau de conversion "Pression de vapeur sur glace" (courbe de pression de sublimation) 1mbar = $10^2$Pa

| °C | ≙mbar | °C | ≙mbar | °C | ≙mbar | °C | ≙mbar |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 6,110 | -20 | 1,030 | -40 | 0,120 | -60 | 0,011 |
| -1 | 5,620 | -21 | 0,940 | -41 | 0,110 | -61 | 0,009 |
| -2 | 5,170 | -22 | 0,850 | -42 | 0,100 | -62 | 0,008 |
| -3 | 4,760 | -23 | 0,770 | -43 | 0,090 | -63 | 0,007 |
| -4 | 4,370 | -24 | 0,700 | -44 | 0,080 | -64 | 0,006 |
| -5 | 4,020 | -25 | 0,630 | -45 | 0,070 | -65 | 0,0054 |
| -6 | 3,690 | -26 | 0,570 | -46 | 0,060 | -66 | 0,0047 |
| -7 | 3,380 | -27 | 0,520 | -47 | 0,055 | -67 | 0,0047 |
| -8 | 3,010 | -28 | 0,470 | -48 | 0,050 | -68 | 0,0035 |
| -9 | 2,840 | -29 | 0,420 | -49 | 0,045 | -69 | 0,0030 |
| -10 | 2,560 | -30 | 0,370 | -50 | 0,040 | -70 | 0,0026 |
| -11 | 2,380 | -31 | 0,340 | -51 | 0,035 | -71 | 0,0023 |
| -11 | 2,170 | -32 | 0,310 | -52 | 0,030 | -72 | 0,0019 |
| -13 | 1,980 | -33 | 0,280 | -53 | 0,025 | -73 | 0,0017 |
| -14 | 1,810 | -34 | 0,250 | -54 | 0,024 | -74 | 0,0014 |
| -15 | 1,650 | -35 | 0,220 | -55 | 0,021 | -75 | 0,0012 |
| -16 | 1,510 | -36 | 0,200 | -56 | 0,018 | -76 | 0,0010 |
| -17 | 1,370 | -37 | 0,180 | -57 | 0,016 | -77 | |
| -18 | 1,250 | -38 | 0,160 | -58 | 0,014 | -78 | |
| -19 | 1,140 | -39 | 0,140 | -59 | 0,012 | -79 | |

## Etapes du processus de lyophilisation

### Pré-congélation

sous pression atmosphérique
(par exemple à –25°C)

= formation de structure
de glace

### Dessiccation

sous vide
(par exemple à 0,01 mbar)

= conserve l' eau dans la phase solide

**Nécessité d'ajouter :**
Apport d'énergie (= chaleur)

**mais :** la matière reste en phase solide/glace !

(loi physique : le vide est responsable de la température du produit)

## 2.2. Préparation

Si l’appareil est équipé d’une vanne régulatrice de pression, il est conseillé de pré-chauffer la pompe à vide. La durée de vie de la pompe à vide peut être prolongée considérablement si elle n’est pas chargée des gaz condensables qu’après avoir atteinte la température d’opération.

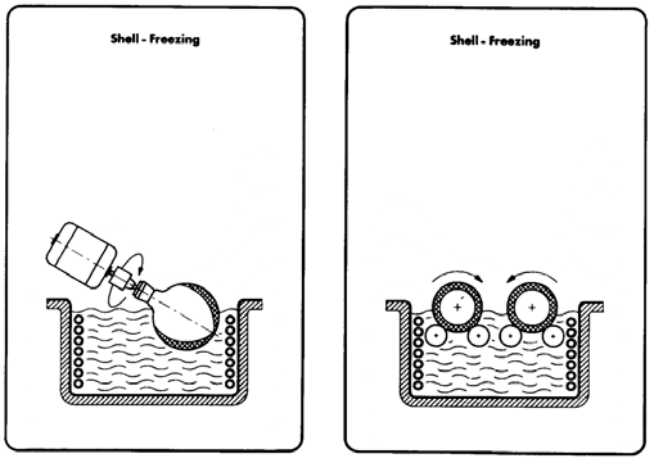
La pompe à vide peut déjà être utilisée pendand la congélation si la vanne régulatrice de pression est fermée. La pompe à vide doit être pré-chauffée pour 15 minutes au minimum, il faut donc la mettre en service 15 minutes avant le commencement de la dessiccation primaire.

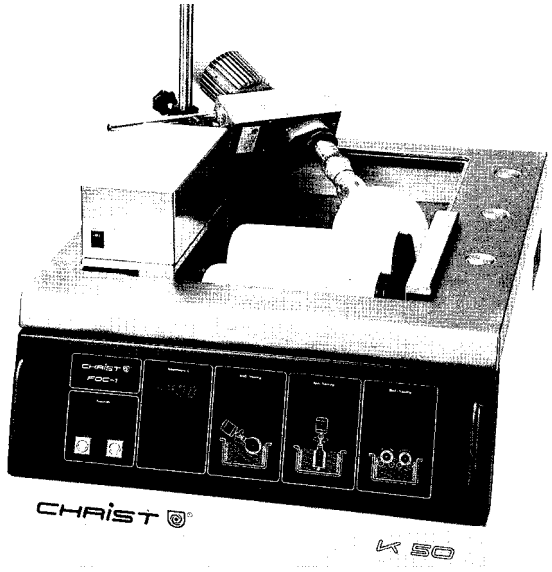
Il se peut que le vide du piège ou de la chambre de dessiccation augmente lors de la dessiccation primaire bien que la vanne de la pompe à vide soit fermée. Cet effet se ramène physicalement à l’effet de pompage du condenseur (« cryo-pumping-effect »).

## 2.3. Congélation

La congélation de petites quantités de produit est effectuée dans le piège du **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC**. Les quantités plus importantes sont pré-congelées dans un congélateur.

Pour lyophiliser des liquides dans des bouteilles avec une épaisseur de couche supérieure à 1 cm, nous conseillons d'effectuer une pré-congélation dans un appareil de congélation par rotation ou centrifugation dans un bain réfrigérant (voir figures précédentes). Du fait de la force centrifuge, le liquide à congeler remonte le long des parois de la bouteille et gèle. Avec cette procédure de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation totale s'en trouve par conséquent considérablement écourtée.






La congélation dans l'appareil n'est pas nécessaire si le produit est pré-congelé ou conservé dans un congélateur par exemple. Dans ce cas, surtout pour la lyophilisation de petites quantités, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Les éventuels résidus d'eau doivent être retirés du piège. Fermer la vanne de vidange et le purgeur d'air.

Graisser le bouchon rodé de la chambre de dessiccation avec de la graisse à vide !

L'épaisseur de la couche de produit ne doit pas dépasser 1 à 2 cm pour ne pas affecter la durée du processus de lyophilisation.

## 2.4. Dessiccation primaire

Mettre en marche la pompe à vide.

**Commentaire :**

Il est possible que des produits contenant par exemple des solvants ou présentant des concentrations salines élevées dégèlent pendant la lyophilisation (le produit mousse). Dans ce cas, il faut congeler les produits à des températures les plus basses possibles, par exemple dans l'azote liquide.

**Attention :**

Ne pas lyophiliser de produits acides ou présentant une forte concentration en solvant sans mesures de protection ou dispositifs spéciaux, comme par exemple un piège de refroidissement $LN_2$ pour protéger la pompe à vide (en cas de doute, contacter le fabricant). Il

est aussi possible d'utiliser une pompe à vide hybride présentant une résistance chimique (par ex. RC-5).

**L'utilisation d'azides demande des précautions particulières car un dangereux agent explosif se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux ! Il est absolument indispensable de consulter le fabricant !**

Dès que la sublimation de la vapeur d'eau du produit congelé commence, la chaleur est extraite et par conséquent le produit continue à refroidir.

La vitesse de sublimation maximale est atteinte au début de la lyophilisation.

Suivant la vitesse de sublimation, la température du condenseur et donc la pression de la chambre de dessiccation ou du piège augmente.

**La durée de la phase de dessiccation primaire dépend principalement de :**

- l'épaisseur de la couche de produit,
- la quantité de matière solide présente dans le produit,
- la chaleur fournie au produit pendant la lyophilisation,
- la pression à l'intérieur de la chambre de dessiccation pendant la lyophilisation.

La vitesse de sublimation augmente avec une augmentation de la pression (pas du vide !), ce qui écourte la durée de la lyophilisation.

La vapeur d'eau générée pendant la dessiccation primaire n'est pas aspirée par la pompe à vide, elle est collectée dans le condenseur.

La fonction de la pompe à vide est d'abaisser la pression partielle des gaz non condensables pour que la vapeur d'eau puisse être déplacée du produit vers le condenseur.

De petites quantités de vapeur d'eau peuvent cependant être aspirées par la pompe à vide. C'est pour cela que la pompe à vide est équipée d'un lest d'air.

Si la vanne de lest d'air est ouverte, les vapeurs condensables extraites sont refoulées par le tuyau d'échappement avec l'air.

**La vanne de lest d'air doit pour cette raison rester ouverte pendant la dessiccation primaire !**

La vanne de lest d'air doit être fermée uniquement pour la dessiccation secondaire.

Pendant la dessiccation primaire, l'humidité est extraite par sublimation, alors qu'elle est enlevée par désorption pendant la dessiccation secondaire.

Cette petite quantité de vapeur d'eau émise pendant la dessiccation secondaire peut être éliminée par la pompe à vide même si la vanne de lest d'air est fermée (pour plusieurs heures).

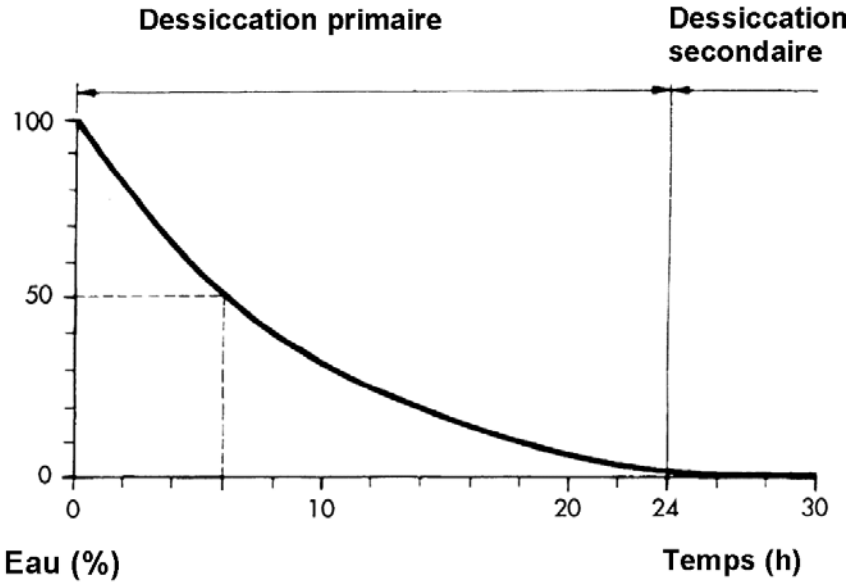
En général, il n'est pas nécessaire de fermer la vanne de lest d'air pendant le fonctionnement. La pompe à vide recommandée atteint avec la vanne de lest ouverte une pression finale comparable à la pression partielle de vapeur d'eau pouvant être atteinte.

**L'humidité résiduelle dans le produit sec dépend essentiellement :**

- de la température du produit séché pendant le processus de dessiccation secondaire,
- du vide final atteint pendant le processus de dessiccation secondaire.

La fin de la phase de dessiccation primaire est atteinte lorsque la température du produit est presque la même que la température des plateaux (différence de température entre le plateau et le produit de 3 K à 5 K environ). Pour retirer l'eau liée par adsorption du produit, démarrer la phase de dessiccation secondaire.

La figure suivante illustre le processus de lyophilisation d'un produit contenant environ 10% de matière solide. Pendant le premier quart de la phase de dessiccation primaire, 50 % du contenu en eau est condensé. Pendant le deuxième quart de la phase de dessiccation primaire, 50 % du contenu en eau résiduel est condensé. Ceci continue jusqu'à ce que la courbe approche asymptotiquement de l'axe du temps. Cette courbe de dessiccation type est due au fait que la surface de sublimation diminue dans le produit et que la vapeur d'eau qui reste à extraire doit traverser les couches déjà asséchées. La résistance interne augmente pendant le processus de lyophilisation. La courbe de dessiccation est par conséquent essentiellement déterminée par la chaleur latente de sublimation et la vitesse de transport de la vapeur d'eau. Afin d'augmenter les propriétés de conduction thermique spécifique du produit à lyophiliser et de conserver le volume de vapeur d'eau aussi bas que possible, il est nécessaire que la lyophilisation se déroule aussi proche que possible du point eutectique.




La durée de lyophilisation dépend en grande partie du vide de lyophilisation. Plus le vide est proche du point eutectique conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace, plus la durée de lyophilisation est courte.

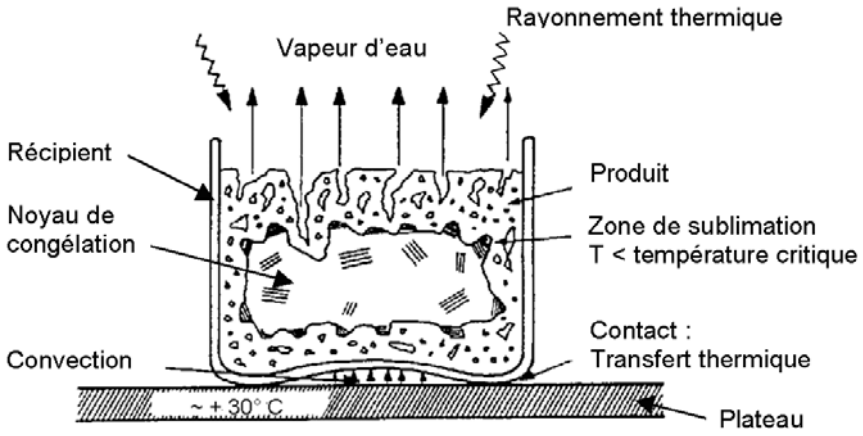
**Corrélations intéressantes :**

| | | | |
|---|---|---|---|
| 1,0 | gramme de glace à | | |
| 1,0 | mbar suppose un volume de | 1 | m³ vapeur |
| 0,1 | mbar suppose un volume de | 10 | m³ vapeur |
| 0,01 | mbar suppose un volume de | 100 | m³ vapeur |

**L’apport d'énergie pendant la lyophilisation**

L'apport de chaleur nécessaire à la lyophilisation du produit se fait par contact thermique direct dans la chambre de dessiccation, conduction thermique à travers le gaz ou par rayonnement. Le transfert thermique par contact direct et conduction thermique par gaz sont les sources les plus habituelles de chaleur dans les lyophilisateurs contemporains. Les contraintes provoquées par les phénomènes précédents sont visibles sur le diagramme suivant.

**Effets de la lyophilisation d'un produit dans une coupelle**




Le transfert thermique se fait par l'intermédiaire des plateaux chauffants, par contact direct par le fond des récipients et/ou par le gaz entre les plateaux et les récipients par convection.

Au début de la sublimation, le transfert thermique par l'intermédiaire des parois du récipient vers le produit congelé est très efficace. Cependant, une couche exempte de glace, poreuse et sèche se forme rapidement et présente un gradient de température entre la paroi du récipient et du produit. La faible conductivité thermique du produit déjà sec peut entraîner une augmentation de température au centre de la glace. Si la température du noyau augmente au-dessus de la température de fusion, le produit commence à décongeler. Ceci s'applique spécialement aux produits non homogènes et aux épaisseurs de couche importantes. Pendant cette phase de lyophilisation, il est important de réguler l'apport de chaleur et de réguler avec précision la température et la pression.

## 2.5. Dessiccation sécondaire

La pression finale de la chambre de dessiccation dépend de la température du condenseur conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace:

Par exemple 1,030 mbar correspond à -20°C

0,370 mbar correspond à -30°C

0,120 mbar correspond à -40°C

0,040 mbar correspond à -50°C

0,011 mbar correspond à -60°C

L'appareil est en état de fonctionnement si la température du condenseur est inférieure à -50°C et que la pression soit inférieure à 0,120 mbar.

La pression finale mesurée par le capteur de vide lorsque l'appareil ne contient pas de produit et sa valeur de température de glace correspondante sont principalement déterminées à l'endroit le **plus chaud** de la glace sur le piège. De plus, cette valeur est affectée par les résidus ou les solvants présents dans le produit montrant une tension de vapeur plus élevée.

## 2.6. Fin du séchage et mise à l’atmosphère

Le vide et la température du condenseur peuvent donner une indication sommaire de la fin du séchage. La charge en glace du condenseur n'augmente plus et le condenseur atteint une température finale d'environ -55°C à -85°C. La pression dans la chambre de dessiccation diminue du fait de la température du condenseur.

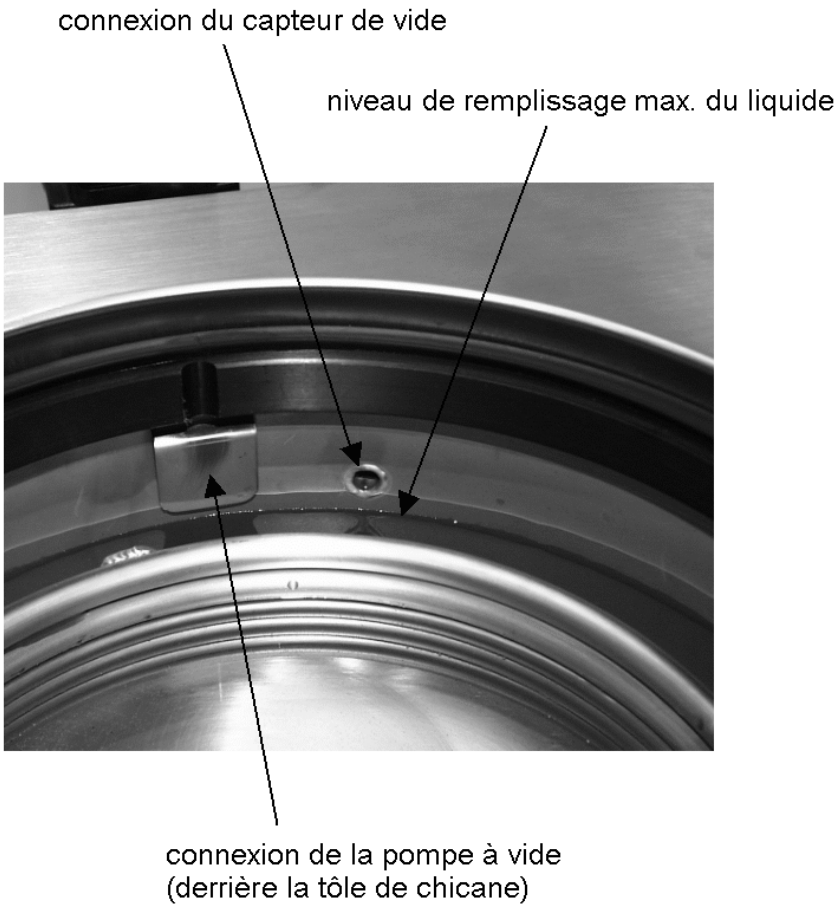
La pompe à vide est arrêtée et la chambre de dessiccation est remplie d’air par un robinet en caoutchouc our par le purgeur d’air. Au lieu d’air, l’appareil peut aussi être rempli d’azote ou d’un autre gaz inerte par le purgeur d’air. Mettre ensuite l’appareil hors tension et retirer le produit.

## 2.7. Dégivrage

Le dégivrage du condenseur se fait à température ambiante ou avec de l’eau chaude. Le piège doit être au maximum rempli d’eau à la moitié de sa contenance.

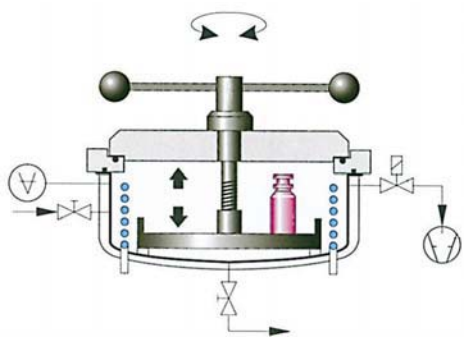
Pendant le dégivrage avec de l’eau (chaude) il est important que l’eau n’entre pas dans la connexion du tuyau de la pompe à vide ni dans le capteur de vide (voir photo).

Le condensat et l’eau de dégivrage sont vidangés par la vanne de vidange du côté gauche de l’appareil. Pour cela, connecter un tuyau sur le raccord. Collecter le condensat et l’eau de dégivrage dans un récipient.


connexion du capteur de vide
niveau de remplissage max. du liquide
connexion de la pompe à vide
(derrière la tôle de chicane)

# 3. Description des processus de lyophilisation

## 3.1. Congélation et lyophilisation à l'intérieur du piège (processus A) sur un plateau chauffant



Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

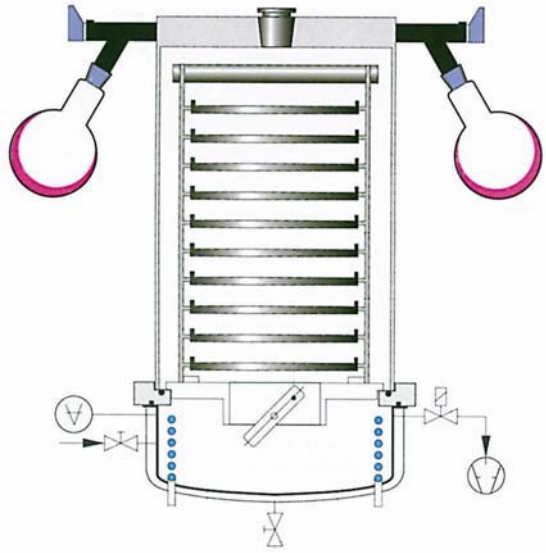
Avec le système de bouchage (option), l'utilisateur peut boucher des flacons d'injection dans le piège avec des bouchons en caoutchouc renforcé sous vide ou sous gaz inerte. Pour cela, les plateaux sont déplacés les uns contre les autres par une plaque d'appui à l'aide d'un axe. (Lors d'une dessiccatoin à l'extérieur du piège, un maximum de 4 plateaux peuvent être utilisés.)

Lorsque la lyophilisation est terminée, tourner le levier de la tige rotative vers la droite jusqu'à apparition d'une sensation de résistance.

Pour boucher les flacons, tous les plateaux doivent être remplis. Pour les petites quantités, disposer uniformément au moins trois espaceurs sur chaque plateau (en fonction de la hauteur des flacons avec bouchon en caoutchouc).

Des espaceurs appropriés sont disponibles sur demande.

## 3.2. Congélation à part et lyophilisation à l'extérieur du piège (processus B) sur des plateaux chauffants



Il est aussi possilbe de réaliser la lyophilisation à l'extérieur du piège. Pour ce processus, le produit est d'abord congélé par exemple dans un congélateur.

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

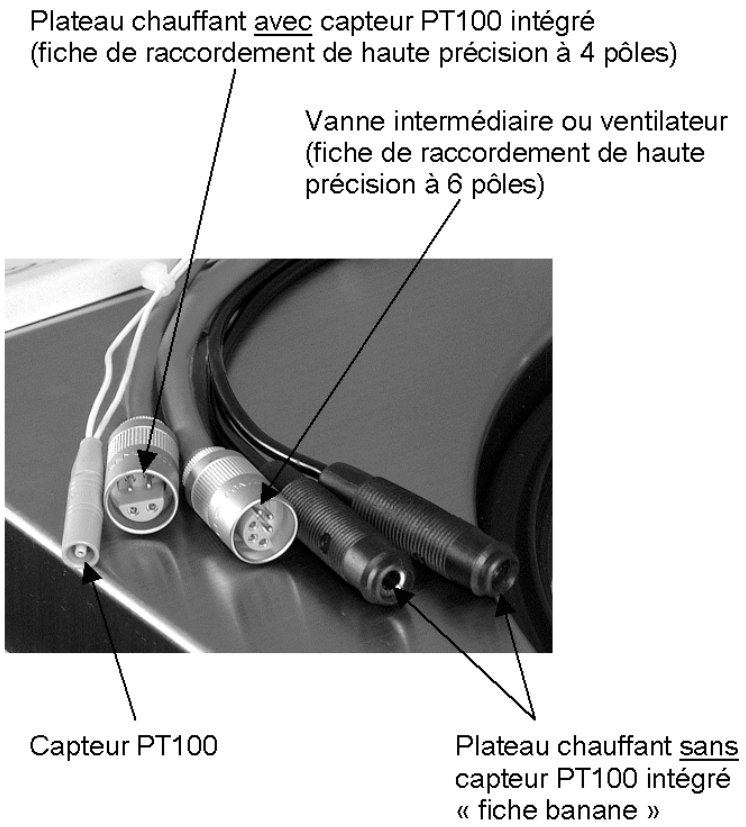
Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Déposer le portoir sur la plaque de fond ou sur la vanne intermédiaire avec plaque de fond. Pour les petits échantillons, il est conseillé de

pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant le processus de mise sous vide.

Les plateaux sont alimentés en courant de chauffage par deux câbles de connexion équipés de «  fiches bananes  ». Les câbles de connexion sont enfichés dans les deux prises de la traversée électrique et dans les trous au portoir ou au système de bouchage prévus à cette fin.

Pour le réglage de la température, il est nécessaire de connecter **un plateau** équipé d'un capteur. La fiche du plateau équipé d'un capteur est enfichée dans la prise de la traversée électrique étanche au vide.


Plateau chauffant avec capteur PT100 intégré
(fiche de raccordement de haute précision à 4 pôles)
Vanne intermédiaire ou ventilateur
(fiche de raccordement de haute
précision à 6 pôles)
Capteur PT100
Plateau chauffant sans
capteur PT100 intégré
« fiche banane »

La puissance calorifique est la même pour tous les plateaux. Il n'est pas possible de considérer les différents besoins en chaleur des plateaux supérieur et inférieur. De petits écarts de température sont donc inévitables.

La dessiccation primaire est le permier pas pour la congélation à part et la dessiccation à l'extérieur du piège. La pompe à vide est activée et préchauffée si l'appareil est équipé d'une vanne régulatrice de pression.

Insérer les plateaux avec les échantillons congélés et fermer ensuite l'appareil avec le piège intégré.

Activer la phase du processus «  dessiccation primaire  » (main drying process) dans le système de contrôle. La vanne régulatrice de pression ouvre et la dessiccation primaire commence.

Le système de contrôle active le chauffage pour les plateaux après que la pression limite du chauffage (« **Safety pressure heating unit** ») est atteinte. Le chauffage reste actif jusqu'à ce que la valeur limite de température pour le plateau soit atteinte.

## 3.3. Congélation à part et lyophilisation à l'extérieur du piège (processus B) avec système de bouchage

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Déposer le portoir sur la plaque de fond ou sur la vanne intermédiaire avec plaque de fond.

Avec le système de bouchage, l'utilisateur peut boucher des flacons d'injection avec des bouchons en caoutchouc renforcé sur un ou deux plateaux, respectivement sur 1 à 4 plateaux (selon le type d'appareil), sous vide ou sous gaz inerte. Pour cela, les plateaux sont déplacés les uns contre les autres par une plaque d'appui à l'aide d'un axe.

L'utilisateur doit ajuster la hauteur de la plaque d'appui en fonction de la hauteur des flacons. Retirer la vis de réglage de la hauteur. Visser la tige filetée dans le plateau inférieur jusqu'à ce que la tête fendue soit à niveau avec le support (bords supérieurs).

Serrer ensuite la plaque d'appui avec la vis de réglage de façon à ce qu'elle repose sur ou reste légèrement au-dessus du bouchon en caoutchouc. En cas d'utilisation de plusieurs plateaux, chaque plateau est également placé directement ou immédiatement au-dessus des bouchons en caoutchouc, comme la plaque d'appui.

A la place du bouchon, insérer la tige rotative étanche au vide dans le trou standard rodé de la chambre de dessiccation. Avant de l'insérer, graisser la surface rodée de la tige avec de la graisse à vide.

Lorsque la lyophilisation est terminée, tourner le levier de la tige rotative vers la droite jusqu'à apparition d'une sensation de résistance.

Pour boucher les flacons, tous les plateaux doivent être remplis. Pour les petites quantités, disposer uniformément au moins trois espaceurs sur chaque plateau (en fonction de la hauteur des flacons avec bouchon en caoutchouc).

Des espaceurs appropriés sont disponibles sur demande.

## 3.4. Congélation à part et lyophilisation de liquides dans des flacons

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir la vanne de vidange pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Pour lyophiliser à l'extérieur du piège, différents manifolds et chambres de dessiccation montables avec des robinets en caoutchouc pour la connexion d'autres accessoires sont disponibles (voir le catalogue d'accessoires). Installer la chambre de dessiccation à plusieurs connexions directement sur le joint d'étanchéité sur la plaque du fond. Connecter les manifolds avec joints rodés standards NS 45/40 par l'intermédiaire de l'orifice rodé du couvercle acrylique.

Pour assurer une connexion étanche au vide et pour simplifier le retrait des accessoires, graisser légèrement la surface rodée avant utilisation avec de la graisse à vide. Mettre ensuite l'accessoire en question en place et tourner de 360° pour distribuer uniformément la graisse.

Avant toute utilisation ultérieure, il est nécessaire de nettoyer et graisser les surfaces rodées.

Avant de commencer avec la dessiccation, il est nécessaire de vérifier que toutes les vannes sont fermées.

Activer la phase du processus «  dessiccation primaire  » (main drying process) dans le système de contrôle. La vanne régulatrice de pression ouvre et la dessiccation primaire commence.

**Attention :**

Ne pas connecter les échantillons congelés sur les robinets avant d'avoir atteint une pression inférieure à 1,030 mbar.

Congeler les liquides dans des flacons suivant le principe de la congélation par rotation, manuellement ou avec un appareil rotatif. Du fait de ce processus de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation s'en trouve considérablement écourté.

La plupart des manifolds et robinets disponibles permettent une connexion et un retrait des flacons en continu pendant le processus de lyophilisation. Chaque robinet est équipé d'un dispositif d'isolement et de mise à l'atmosphère.

Si les robinets en caoutchouc ou en acier spécial se grippent, ils doivent être démontés, nettoyés, légèrement graissés avec de la graisse à vide et remontés.

Il est possible de connecter à chaque robinet un distributeur pour 15 ampoules.

Avec un distributeur, un maximum de 15 ampoules peuvent être congelées simultanément dans le bain réfrigérant et connectées sur le manifold.

## 3.5. Congélation à part et lyophilisation de liquides dans des ampoules (processus B)

Afin de pré-réfrigérer le condenseur et de préchauffer la pompe à vide, activer le groupe frigorifique et la pompe à vide dans le système de contrôle de l'appareil. La vanne est fermée pendant le préchauffage de la pompe à vide. Pour les appareils qui ne sont pas équipés d'une vanne régulatrice de pression électromagnétique, il est conseillé d'utiliser un robinet d'arrêt à main. Autrement, il faut renoncer au préchauffage de la pompe à vide.

Le manifold pour ampoule est équipé de bouchons pour connecter un maximum de 48 ampoules afin de pouvoir le mettre sous vide à l'avance.

Raccorder le premier tuyau sur le milieu avec la pince pour tuyau fournie et retirer le bouchon. Le vide est maintenu dans le système.

Congeler le liquide dans l'ampoule, soit dans un congélateur, soit par rotation dans un bain réfrigérant.

Si une congélation instantanée est nécessaire, nous conseillons de congeler l'échantillon dans l'azote liquide ou dans un bain réfrigérant.

Connecter ensuite l'ampoule sur le tuyau et retirer la pince du tuyau. Cela permet d'abaisser subitement la pression partielle dans l'ampoule et par conséquent d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Avec cette procédure, l'utilisateur peut connecter une ampoule après l'autre.

Le scellement des ampoules se fait de la même façon. Le tuyau de l'ampoule à sceller est pincé et l'ampoule est scellée sous vide à l'aide d'un chalumeau.

Si l'ampoule se brise pendant le scellement, le vide de la chambre de dessiccation n'est pas affecté car le tuyau est fermé avec la pince.

Retirer le verre restant de l'ampoule et fermer le tuyau avec un bouchon.

Les ampoules peuvent ainsi être scellées une après l'autre ou de nouvelles ampoules peuvent être raccordées.

# 4. Installation et mise en service

## 4.1. Emplacement

AVERTISSEMENT ! Ne pas placer de papier, vêtement ou d'objets similaires derrière l'appareil car cela empêcherait la circulation d'air sur l'échangeur thermique.

Positionner le lyophilisateur horizontalement. La température ambiante doit être comprise entre +15°C et +25°C environ.

Le compresseur de réfrigération du lyophilisateur est refroidi par air. Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Respecter une distance d'au moins 30 cm avec le mur. Ne pas installer l'appareil à proximité de radiateurs ou de sources de chaleur et éviter l'exposition directe au soleil.

En cas de circulation d'air insuffisante ou de température ambiante excessive, la pression et la température augmentent dans le système de réfrigération. En cas d'un dépassement de la pression de service admissible, le système de réfrigération peut tomber en panne.

**Les connexions suivantes sont nécessaires sur l'emplacement d'installation :**

## 4.2. Raccordement au secteur

La tension de fonctionnement sur la plaque d'identification doit correspondre à celle délivrée par le secteur local.

Les lyophilisateurs CHRIST sont des appareils de classe de sécurité I et sont équipés d'un câble de connexion à trois conducteurs et d'une fiche antichoc.

## 4.3. Fusibles

Le lyophilisateur doit être protégé par un fusible de 16 AG.

## 4.4. Vérification de la connexion à la terre

Une vis permettant de corriger le potentiel de terre est située sur le panneau arrière du lyophilisateur. La vérification peut se faire à l'aide d'un appareil de mesure approprié.

## 4.5. Aération

Utiliser le purgeur d'air qui est situé sur le panneau gauche de l'appareil pour ventiler le piège.

S'il est nécessaire de fermer par exemple des bouteilles de sérum sous azote au lieu du vide, utiliser l'embout du purgeur d'air pour remplir le piège d'azote.

ATTENTION ! Eviter toute surpression !

## 4.6. Condensat et eau de dégivrage

Le condensat et l'eau de dégivrage sont vidangés par la vanne de vidange sur le côté gauche de l'appareil. Pour vidanger le condensat et l'eau de dégivrage, placer le tuyau fourni dans l'embout. Récupérer le condensat et l'eau de dégivrage dans un récipient.

Le condensat et l'eau de dégivrage peuvent également être vidangés directement par le tuyau. Le condensat et l'eau de dégivrage doivent pouvoir s'écouler librement. Le tuyau doit pour cela présenter une pente descendante régulière. Vérifier qu'aucune quantité d'eau ne reste dans le tuyau. L'extrémité du tuyau doit toujours se trouver au-dessus du niveau du liquide dans le récipient de récupération de l'eau et du condensat. Cela élimine le risque d'aspiration d'eau et de résidus sales dans le piège en cas de présence de vide lors de l'ouverture de la vanne de vidange.

## 4.7. Echappement de la pompe à vide

La pompe à vide doit fonctionner avec la vanne de lest d'air ouverte pendant la dessiccation primaire. Les gouttelettes d'huile résultantes doivent être évacuées.

Connecter un tuyau de ½" sur la bride d'échappement de la pompe à vide RZ-2 ou RC-5 et un tuyau de ¾" sur la bride d'échappement de la pompe à vide DUO 5 ou DUO 10. Diriger le tuyau vers l'air libre ou vers une évacuation.

Installer le tuyau de façon à ce qu'un retour de résidus de condensation vers la pompe soit impossible. Avec des conduites ascendantes, il est préférable d'utiliser un séparateur (flacon de Woulfe ou bouteille de lavage) dans le tuyau.

Si une évacuation correcte des gouttelettes d'huile est impossible, nous conseillons d'installer un filtre d'échappement (séparateur de gouttelettes d'huile). Le filtre empêche la pollution de l'air par des gouttelettes d'huile émises par la pompe à vide dans des quantités dépendantes de la pression de fonctionnement.

Le filtre est installé sur la petite bride de connexion de la pompe à vide.

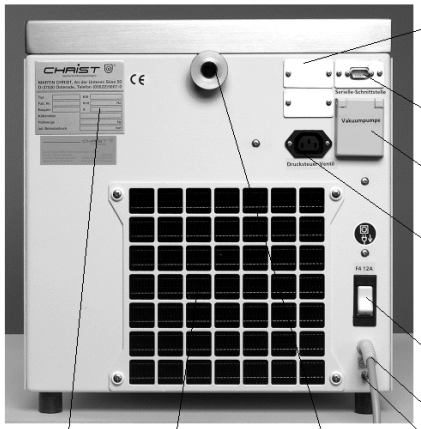
Le filtre est équipé d'une vanne régulatrice de pression qui indique la saturation du filtre. Nettoyer ou remplacer la cartouche de filtre au plus tard lorsque la vanne régulatrice de pression est activée. L'huile collectée est visible à travers le regard et peut être vidangée par la vis de vidange.

(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

## 4.8. Mise en service initiale

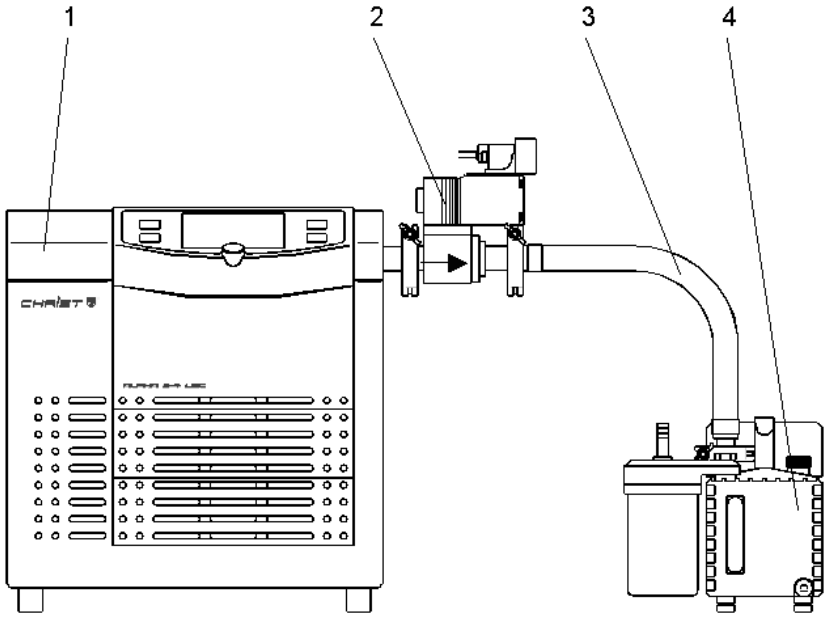
ATTENTION ! Vérifier que le lyophilisateur est correctement installé avant de le mettre en service (voir paragraphe 4.1 « Emplacement » et les paragraphes suivants).

## 4.8.1. Eléments de contrôle et composants fonctionnels



## 4.8.2. Raccordement de la pompe à vide et installation des composants accessoires

**Schéma de montage pour le lyophilisateur ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC**




1 ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC
2 Vanne régulatrice de pression et vanne d'arrêt
3 Tuyau de vide
4 Pompe à vide

Connecter les composants accessoires sur le lyophilisateur **ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2- 4 LSC** conformément au schéma de montage ci-dessus.

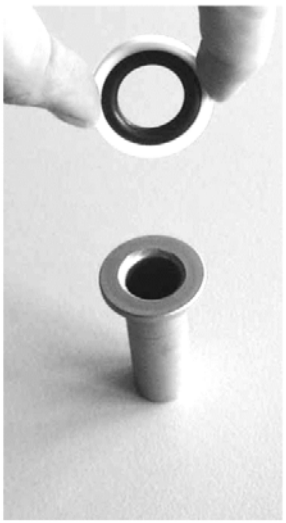
Utiliser les bagues de centrage et les brides de fixation avec écrous à oreilles pour les connexions (connexions à petites brides conformément à ISO 28403 respectivement DIN 2861, voir instructions suivantes).

## Instructions de raccordement des bagues de centrage et des brides de fixation :

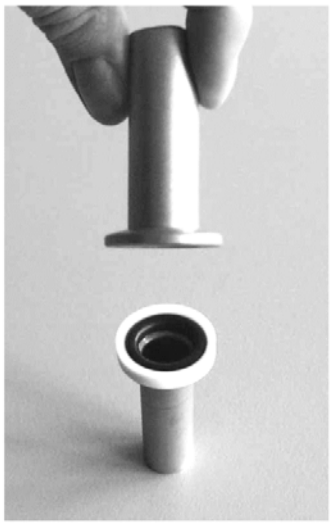
Des connexions à petites brides qui ne sont pas correctement placées causent souvent des problèmes de vide considérables.

Détacher la connexion et remettre la bague de centrage (avec bague d'étanchéité intérieure) centralement entre les deux brides à connecter. Refermer la connexion avec la bride de fixation en serrant l'écrou à oreilles.

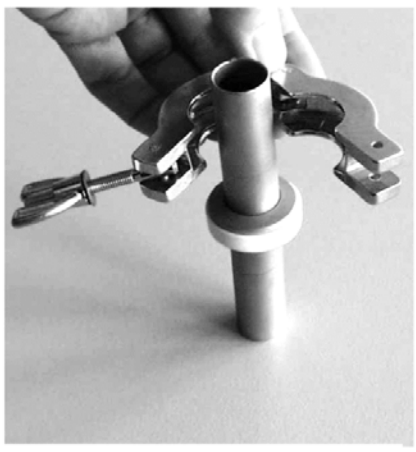
Vérifier que la bague de centrage reste dans la position correcte.



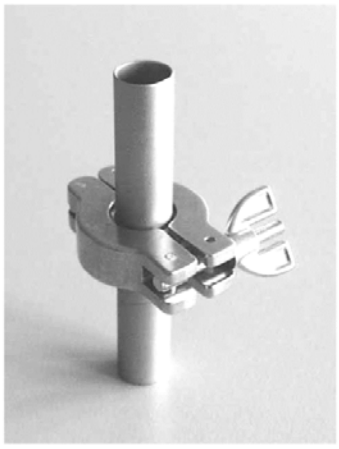
Petite bride et
bague de centrage



Petite bride avec bague de
centrage placée et petite bride

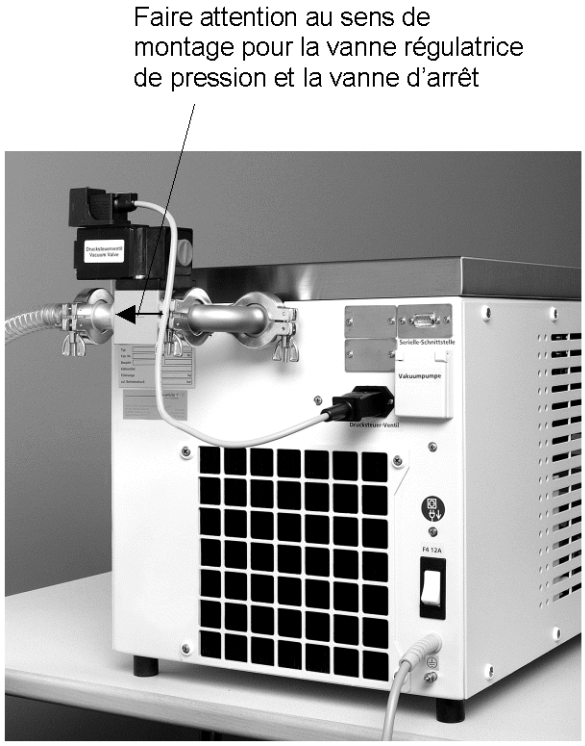


Montage de la bride de fixation



Serrage de la bride de fixation

Monter la vanne régulatrice de pression (si disponible) entre l'appareil de lyophilisation et la pompe à vide. Enficher le câble de la vanne dans la prise de l'appareil située sur le panneau arrière.




Raccorder la pompe à vide à l'appareil et enficher le cordon de raccordement dans la prise sur le panneau arrière de l'appareil.

Les gaz d'échappement de la pompe à vide doivent être filtrés ou dérivés.

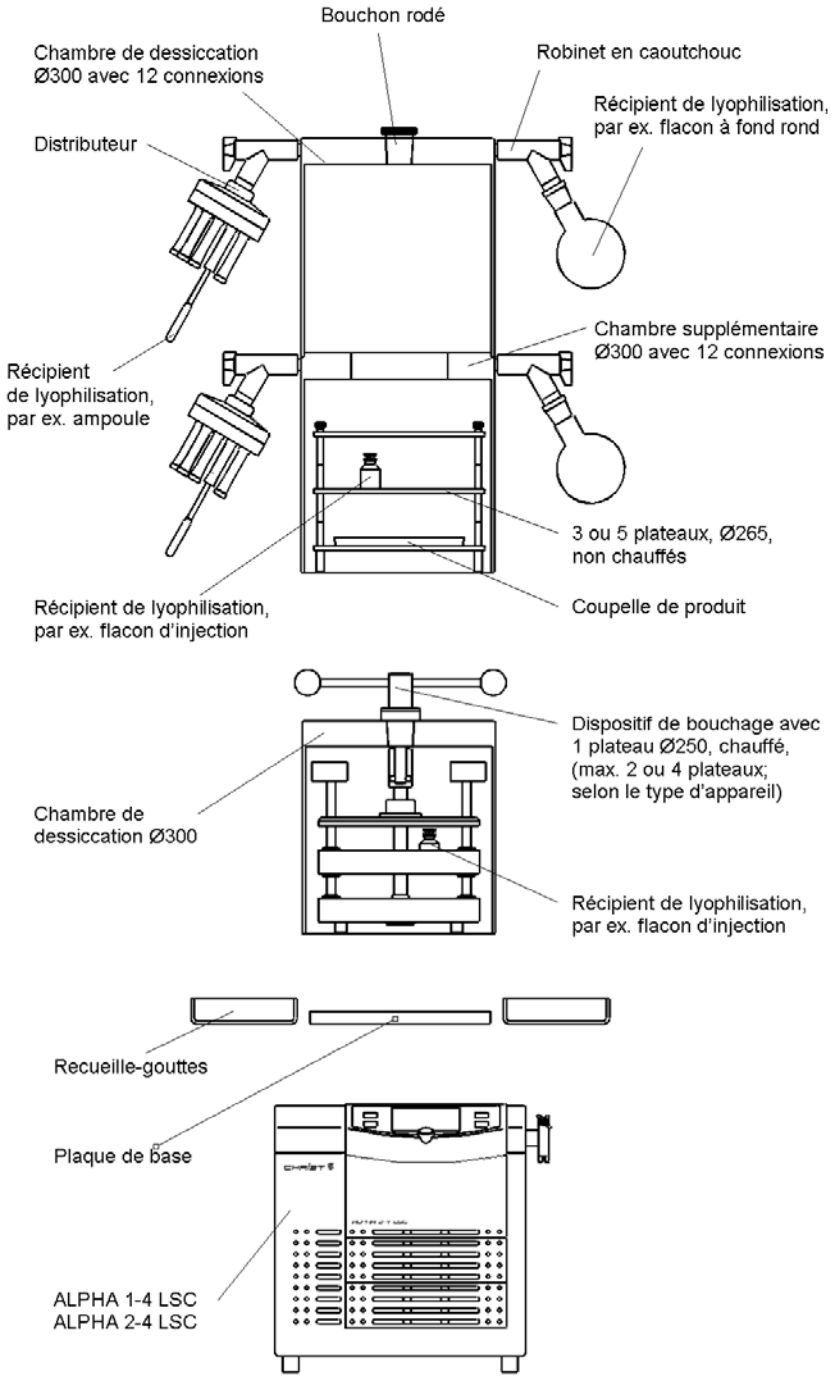
Fermer le purgeur d'air et la vanne de vidange sur le panneau gauche de l'appareil.

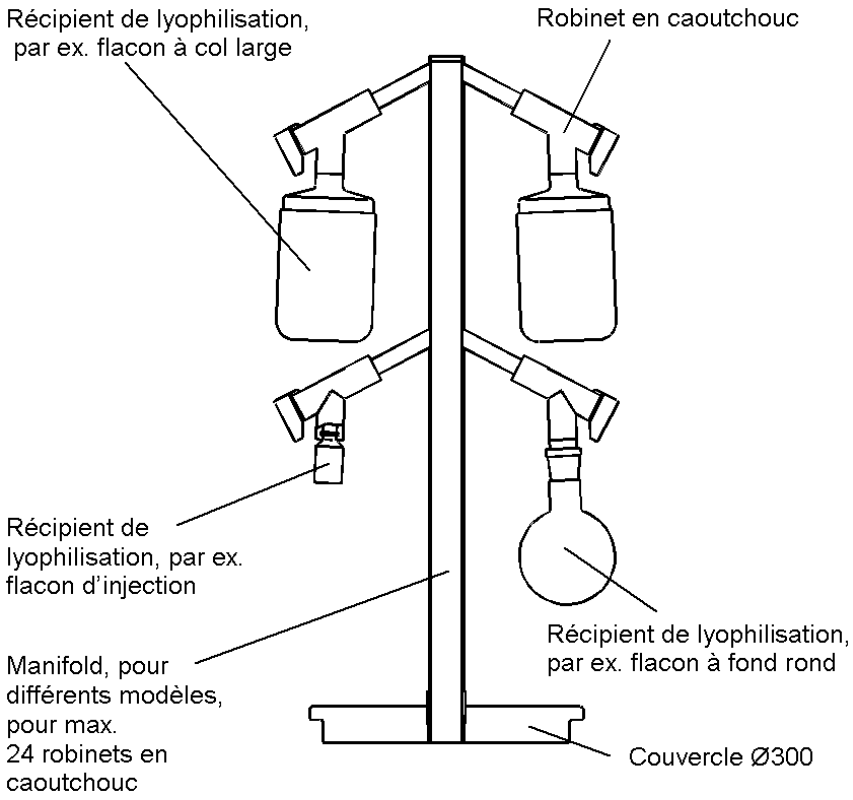
Monter une chambre de dessiccation ou un couvercle sur le piège du condenseur.

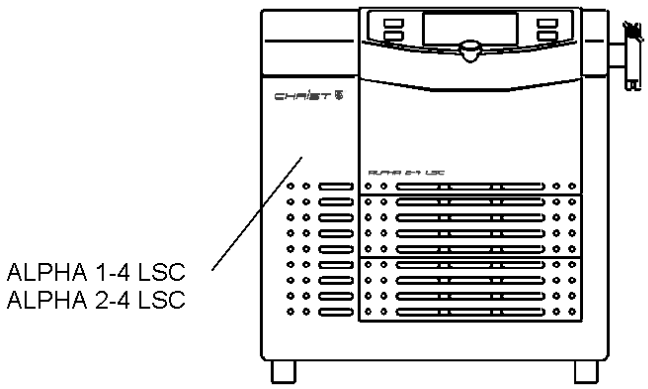
Fermer les robinets en caoutchouc de la chambre de dessiccation (si disponibles).

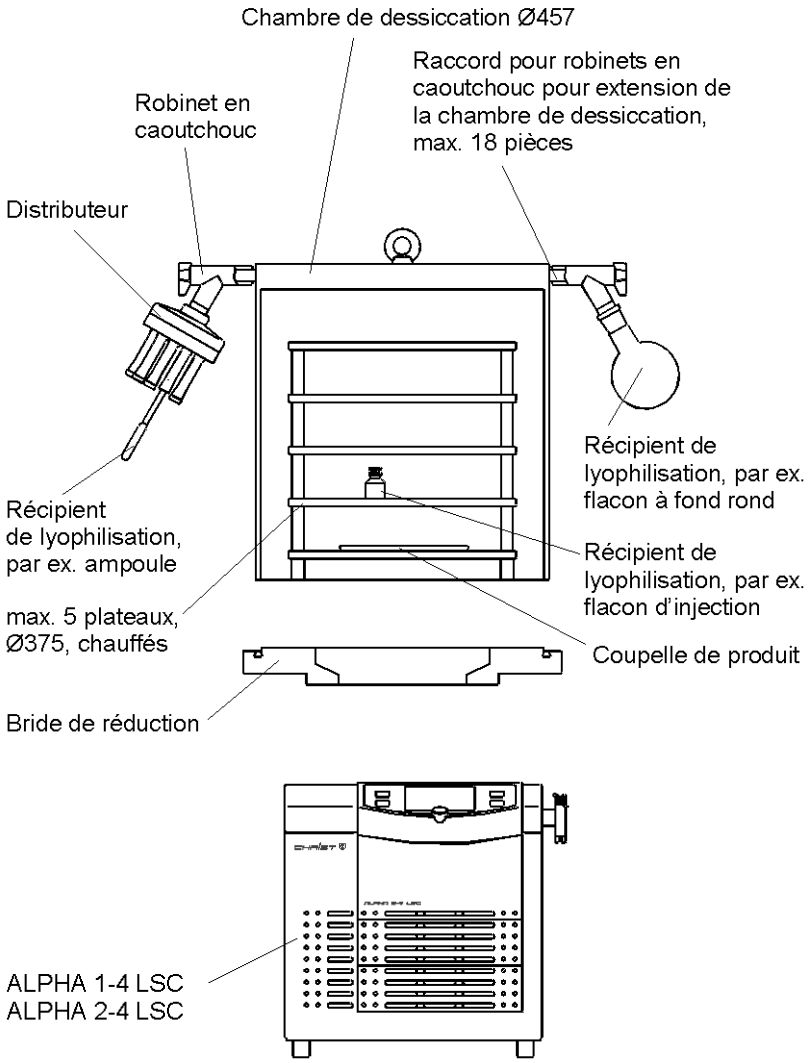
Les autres accessoires commandés (par exemple plateaux, connexions pour des flacons à fond rond) sont ajoutés en conséquence.

## Schéma de principe des composants accessoires


Bouchon rodé
Chambre de dessiccation Ø300 avec 12 connexions
Robinet en caoutchouc
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon à fond rond
Distributeur
Chambre supplémentaire Ø300 avec 12 connexions
Récipient de lyophilisation, par ex. ampoule
3 ou 5 plateaux, Ø265, non chauffés
Coupelle de produit
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon d'injection
Dispositif de bouchage avec 1 plateau Ø250, chauffé, (max. 2 ou 4 plateaux; selon le type d'appareil)
Chambre de dessiccation Ø300
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon d'injection
Recueille-gouttes
Plaque de base
ALPHA 1-4 LSC
ALPHA 2-4 LSC


Récipient de lyophilisation, par ex. flacon à col large
Robinet en caoutchouc
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon d'injection
Manifold, pour différents modèles, pour max. 24 robinets en caoutchouc
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon à fond rond
Couvercle Ø300


ALPHA 1-4 LSC
ALPHA 2-4 LSC


Chambre de dessiccation Ø457
Raccord pour robinets en caoutchouc pour extension de la chambre de dessiccation, max. 18 pièces
Robinet en caoutchouc
Distributeur
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon à fond rond
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon d'injection
Récipient de lyophilisation, par ex. ampoule
max. 5 plateaux, Ø375, chauffés
Coupelle de produit
Bride de réduction
ALPHA 1-4 LSC
ALPHA 2-4 LSC

## 4.8.3. Mise en marche

Utiliser le commutateur d'alimentation situé sur le côté droit de l'appareil pour mettre l'appareil sous tension.

Le système de contrôle LSC effectue un test initial. Ce test peut durer quelques secondes.

# 5. Système de contrôle LSC

## 5.1. Introduction

Le sigle LSC (Lyo Screen Control) est le nom de notre interface utilisateur graphique pour le contrôle des processus de lyophilisation. La commande à bouton unique « tourner-pousser » permet une commande intuitive. Les données du processus les plus importantes sont représentées en tout détail dans un tableau ou dans un plan de l'appareil très clair.

### 5.1.1. Le panneau de commande LSC

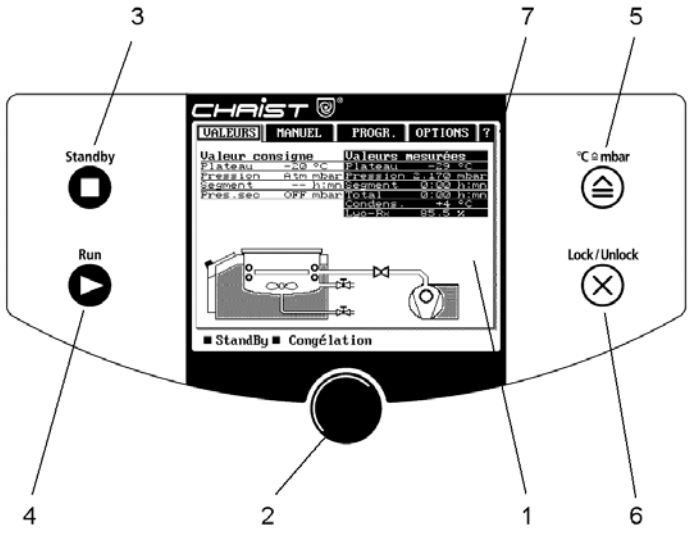



*Fig. 1*

1. Ecran à cristaux liquide ¼" VGA
2. Bouton « tourner-pousser » ●
3. Touche de fonction « Standby » (mode Veille) ⏹
4. Touche de fonction « Run » (marche) ⏵
5. Touche de fonction « °C ≙ mbar » ⏏
6. Touche de fonction « Lock/Unlock » (Bloquer/Débloquer) ⊗
7. Fonction d'aide ?

## 5.1.2. Brève description de la commande

Le système de contrôle LSC peut être commandé à l'aide du bouton central « tourner-pousser » ● et à l'aide des quatre touches de fonction qui se trouvent sur les deux côtés de l'écran ■ ▶ ⏏ ⊗. Le bouton « tourner-pousser » ● est l'élément de commande le plus important du système de contrôle. Tourner le bouton « tourner-pousser » ● pour sélectionner une fonction du menu ou un paramètre dans la fenêtre. Appuyer sur le bouton « tourner-pousser » ● pour activer la fonction sélectionnée. Pour l'entrée des paramètres (valeurs de consigne etc.), procéder de la même façon.

Les touches de fonction ■ ▶ ⏏ ⊗ ont les fonctions suivantes :

- « Standby » (mode Veille) ■
  Cette fonction met l'appareil en mode Veille, c'est-à-dire toutes les unités sont mises hors service. Cette fonction est toujours disponible. Normalement, cette fonction est activée après la fin du séchage – avant l'aération manuelle.
- « Run » (marche) ▶
  Cette fonction active la phase qui est présélectionnée dans le menu « manuel ». Dans le mode manuel, la transition entre les différentes phases est toujours réalisée dans l'état marche. Cette fonction n'est disponible que si tous les menus et fenêtres sont fermés.
- « °C ≙ mbar » ⏏
  Le tableau de conversion « tension de vapeur sur glace » est affiché dans une autre fenêtre. Cette fonction n'est disponible que dans le plan de l'appareil, dans les fenêtres de valeurs, dans le module de programmation ou pendant la modification des valeurs de consigne.
- « Lock/Unlock » (bloquer/débloquer) ⊗
  Les touches ■ ▶ ⏏ et le bouton « tourner-pousser » ● sont bloqués, une opération non intentionelle est donc évitée. Activer le bloquage an appuyant sur la touche pour environ deux secondes. Pour le débloquage procéder de la même façon.

# 5.2. Les composants visuels du système de contrôle LSC

L'écran à cristaux liquides est divisé en trois zones :

1. Barre de menu
2. Zone de fenêtre
3. Barre d'état

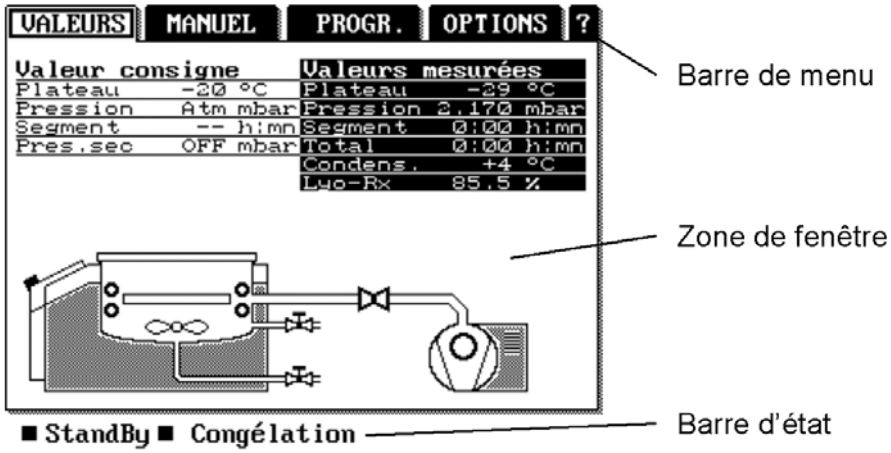



*Fig. 2 Ecran à cristaux liquides*

## 5.2.1. Barre de menu

La barre de menu contient 5 onglets : `VALEURS`, `MANUEL`, `PROGRAMME`, `OPTIONS` , `?` (aide). Ces onglets permettent l'accès à tous les configurations, paramètres et modes d'opération de l'appareil.

Les onglets sont sélectionnés en tournant le bouton « tourner-pousser » (●) vers la gauche ou vers la droite.

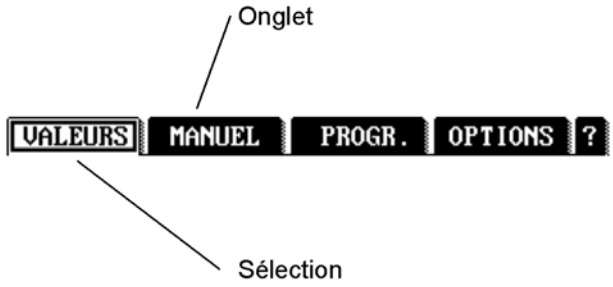



*Fig. 3 Sélectionner un onglet dans la barre de menu*

Appuyer sur le bouton «  tourner-pousser  » pour activer l'onglet sélectionné.

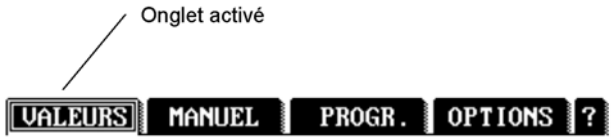



*Fig. 4 Onglet activé dans la barre de menu*

Le système affiche un menu contextuel ou une nouvelle fenêtre.

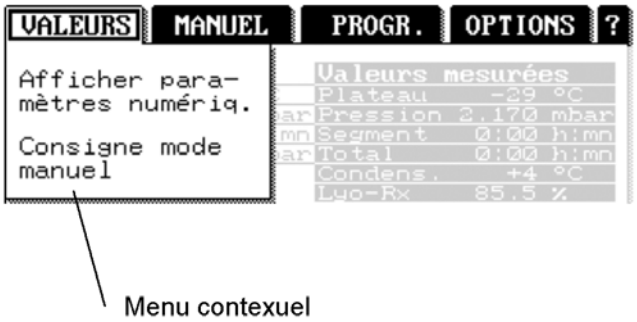



*Fig. 5 Affichage d'un menu contextuel*

## 5.2.2. Zone de fenêtre

La fenêtre principale occupe toute la zone de fenêtre. Les menus contextuels ainsi que les fenêtres de dialogue sont affichés dans une zone superposée, la fenêtre principale est donc toujours visible. Veuillez tenir en compte que les entrées ne sont possibles que dans la zone active qui se trouve au premier plan. Il est par exemple pas possible d'actualiser les valeurs effectives dans la fenêtre principale lors de l'affichage d'un menu.

Veuillez trouver une déscription des différentes types de fenêtre du système de contrôle LSC ci-dessous.

1. Menus contextuels
2. Fenêtres de dialogue
3. Fenêtres principales (occupent toute la zone de fenêtre)
   a. Plan de l'appareil
   b. Fenêtre de valeurs

### *5.2.2.1. Menus contextuels*

Il y a deux différentes types de menus contextuels : Il y a les menus contextuels supérieurs qui sont affichés si l'utilisateur sélectionne un onglet de menu. Et il y a les menus contextuels inférieurs qui sont affichés si l'utilisateur active une entrée d'un menu supérieur. Pour fermer le menu supérieur choisir l'onglet de menu encore une fois.

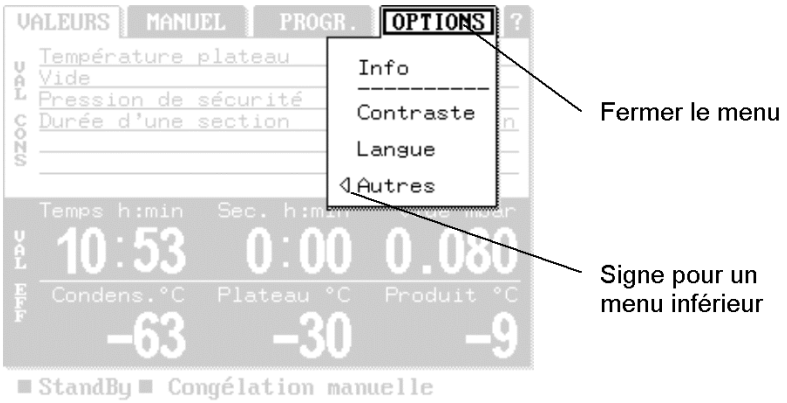



*Fig. 6 Menu contextuel supérieur*

Chaque menu inférieur contient une entrée **Fermer** . Cette entrée sert à refermer le menu inférieur. L'entrée correspondante du menu supérieur est sélectionnée de nouveau.

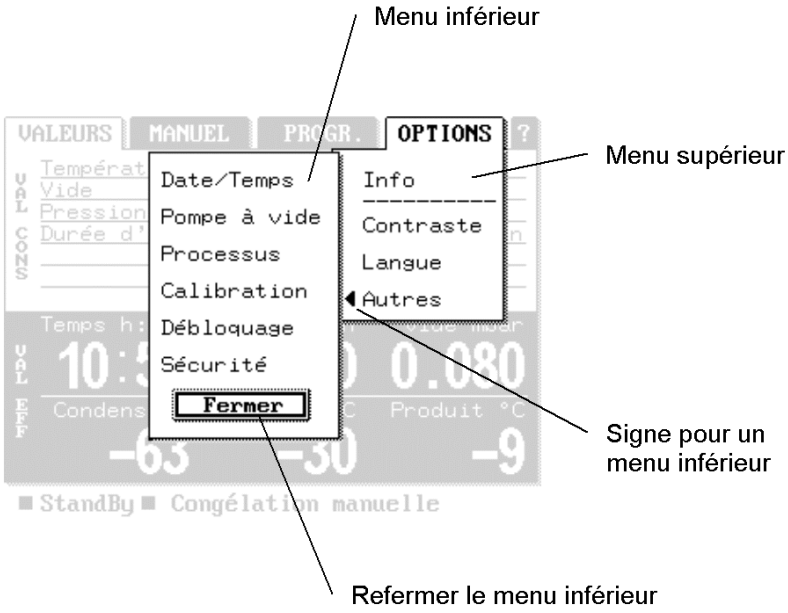



*Fig. 7 Menus contextuels supérieur et inférieur*

### *5.2.2.2. Fenêtres de dialogue*

Les fenêtres de dialogue sont utilisées pour l'entrée des paramètres et pour l'affichage d'informations additionnelles (par exemple la courbe de pression de vapeur sur glace, des informations nécessaires à la modification des paramètres, etc.). L'utilisateur peut ouvrir une fenêtre de dialogue en activant une entrée de menu ou en appuyant sur une touche de fonction. Il y a une seule exception : le système d'information du processus et de l'appareil est affiché automatiquement par le système.

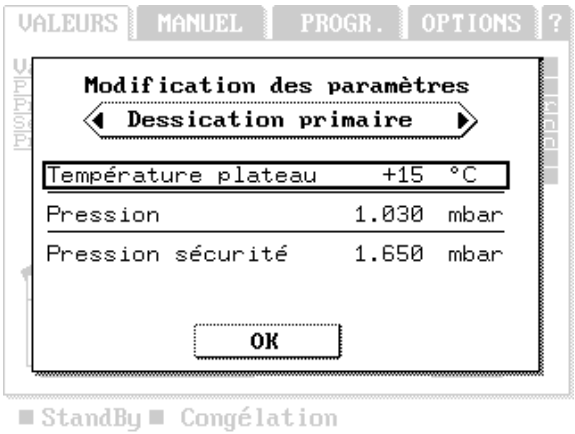
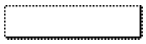
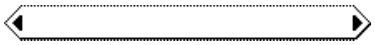



*Fig. 8 Fenêtre de dialogue*

Les fenêtres de dialogue peuvent contenir les éléments suivants :

- Bouton : 
  Utiliser les boutons pour confirmer les entrées ou pour refermer la fenêtre.
- Barre de défilement : 
  Utiliser la barre de défilement pour l'entrée supérieure des paramètres.
- Case d'option: ⊙
  Si la case d'option est cochée, la configuration correspondante est sélectionnée.
- Champs d'entrée:
  Tous les autres champs qui peuvent être sélectionnés sont utilisés pour l'entrée des paramètres, par exemple pour les valeurs de consigne, les constantes de temps, etc.

### *5.2.2.3. Fenêtre principale*

**Plan de l'appareil**

Les valeurs du processus, les valeurs de consigne et les valeurs effectives les plus importantes sont affichées dans le plan de l'appareil.

Les valeurs de consigne affichées sont toujours celles de la phase pré-sélectionnée ou active (voir barre d'état).

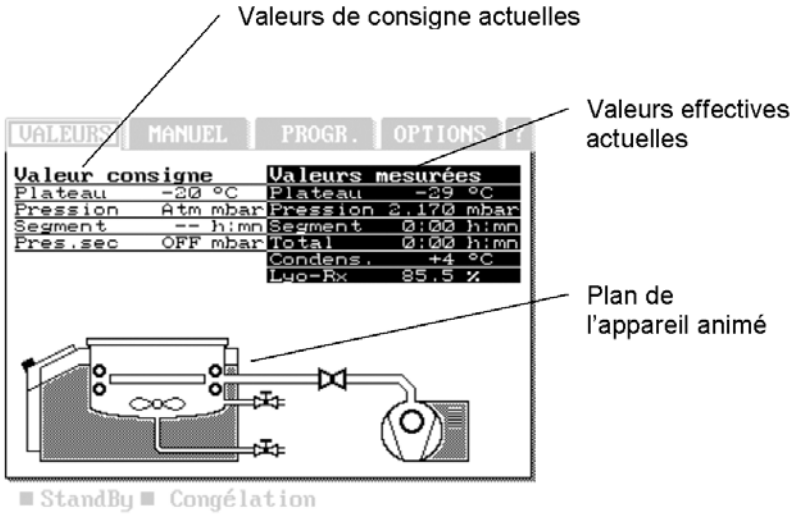



*Fig. 9 Affichage du plan de l'appareil*

La partie inférieure de la fenêtre montre un plan de l'appareil animé avec les unités actives (symboles). Les unités actives peuvent être : le condenseur, la pompe à vide, le purgeur d'air et les vannes, le dispositif électrique pour le chauffage des plateaux et le ventilateur du piège. Les symboles des unités actives sont surbrillés.

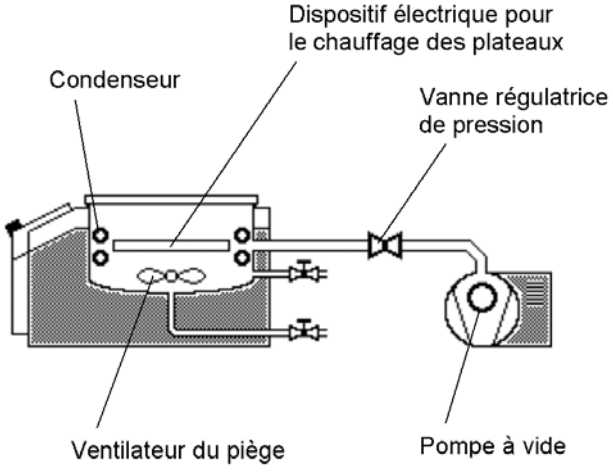



*Fig. 10 Plan de l'appareil pour l'ALPHA 1-4/2-4 LSC*

Exemple pour des unités actives :

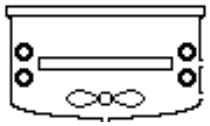


*Fig. 11 Condenseur et ventilateur du piège inactifs*

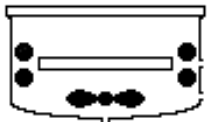


*Fig. 12 Condenseur et ventilateur du piège actifs*

Après tout démarrage de l'appareil, le plan de l'appareil est affiché automatiquement.

Choisir **`Valeurs`** → `Afficher fenêtre de valeurs` pour ouvrir la fenêtre de valeurs à partir du plan de l'appareil.

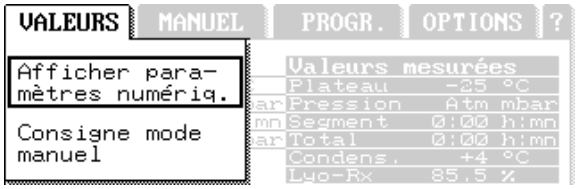



*Fig. 13 Ouvrir la fenêtre de valeurs*

### Fenêtre de valeurs

La fenêtre de valeurs montre les valeurs de consigne et les valeurs effectives du processus actif de façon bien structurée.

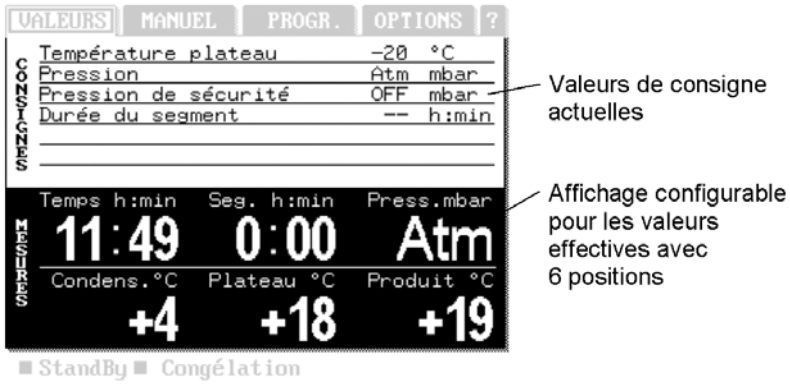



*Fig. 14 L'affichage de la fenêtre de valeurs*

L'affichage des valeurs effectives peut être configuré par l'utilisateur. Celui-ci peut choisir les valeurs effectives les plus importantes. Ensuite, il alloue à chaque valeur une position de l'affichage. A ce but, ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante en choisissant **`Valeurs`** → `configuration de l'écran`.

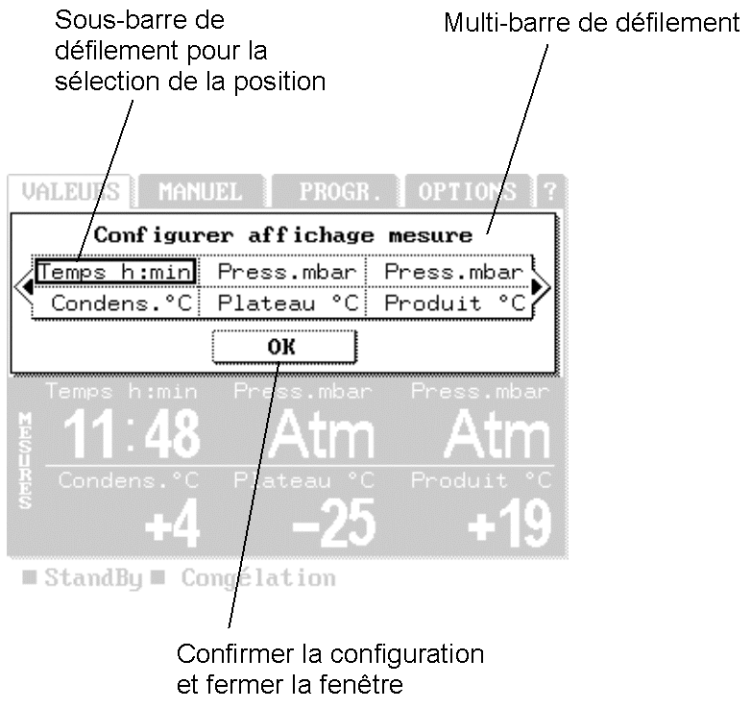



*Fig. 15 Fenêtre de dialogue pour la configuration des 6 positions pour les valeurs effectives*

Les 6 sous-barres de défilement affichés dans la multi-barre de défilement reflètent la position de la valeur effective dans la fenêtre.

Les valeurs effectives suivantes peuvent être sélectionnées :

- `Time h:min` (heure actuelle)
- `Tot. h:min` (durée totale du processus)
- `Sec. h:min` (durée d'une section du processus)
- `Vacuum mbar` (vide)
- `Condens.°C` (température du condenseur)
- `Shelf °C` (température du plateau)
- `Product °C` (température du produit)
- `Lyo Rx %`
- `Lyo Temp.°C` (température du produit Lyo)

Si une position ne doit pas être attribuée, choisir `-- blank --`.

Choisir l'entrée de menu **Valeurs** → Afficher plan de l'appareil pour afficher le plan de l'appareil à partir de la fenêtre de valeurs.

*Fig. 16 Afficher le plan de l'appareil*

### 5.2.3. La barre d'état

La barre d'état montre le mode d'opération et la phase pré-sélectionnée ou la phase active. Dans le module de programmation, la barre d'état montre additionnellement la section actuelle et le nombre total des sections du programme.

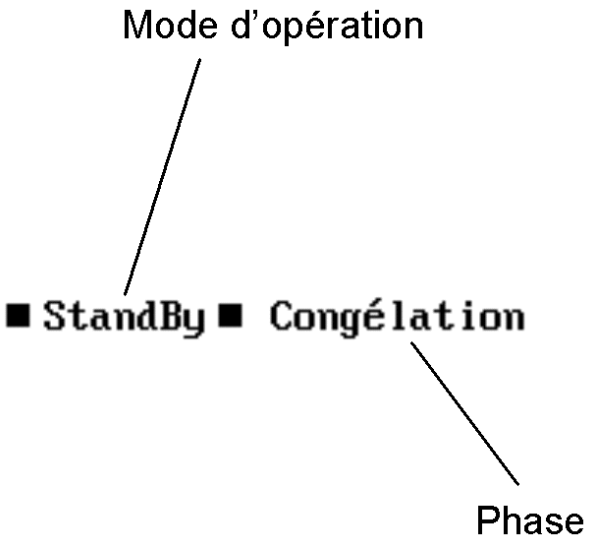



*Fig. 17 Barre d'état pour le mode manuel*

## 5.3. Touches de fonction

### Touche de fonction « Standby » ⏻ (mode Veille)

Appuyer sur la touche « Standby » ⏻ pour mettre toutes les unités hors service. Cette fonction est toujours disponible (dans chaque fenêtre). Normalement, le processus est terminé après la fin du séchage (avant l'aération manuelle) avec le passage en mode Veille.

## Touche de fonction « Run » ⏵ (Marche)

Appuyer sur la touche « Run » ⏵ pour démarrer le processus de lyophilisation. Dans le mode manuel, les unités qui sont nécessaires pour la phase sélectionnée sont activées. Si un programme a été sélectionné en avant, il est démarré dans la section correspondante. La transition entre les différentes phases est toujours réalisée dans l'état marche. Cette fonction n'est disponible que si tous les menus et fenêtres sont fermés, c'est-à-dire quelle peut seulement être activée dans une des fenêtres de valeurs ou dans le plan de l'appareil.

Veuillez considérer que les différentes unités sont activées l'une après l'autre avec un retart de temps. Le tableau 1 montre les retards de temps pour les appareils **ALPHA 1-4 LSC** et **ALPHA 2-4 LSC**.

| | **instants (sec.)** | **unité** |
|---|---|---|
| ALPHA 1-4 | 0 | groupe frigorifique 1 |
| | 5 | pompe à vide |
| | 10 | toutes les autres unités |
| ALPHA 2-4 | 0 | groupe frigorifique 1 |
| | 150 | groupe frigorifique 2 |
| | 155 | pompe à vide |
| | 160 | toutes les autres unités |

*Tableau 1 Temps de retard des différentes unités*

## Touche de fonction « Lock/Unlock » ⊗ (Bloquer/Débloquer)

Appuyer pour environ deux secondes sur la touche ⊗ pour bloquer l'appareil contre une opération non intentionnelle. Ensuite, le système ignore tous les actionnements du bouton « tourner-pousser » (●) et des trois touches de fonctions ⏹ ⏵ ⏏. Le système affiche seulement la fenêtre d'informations suivante.

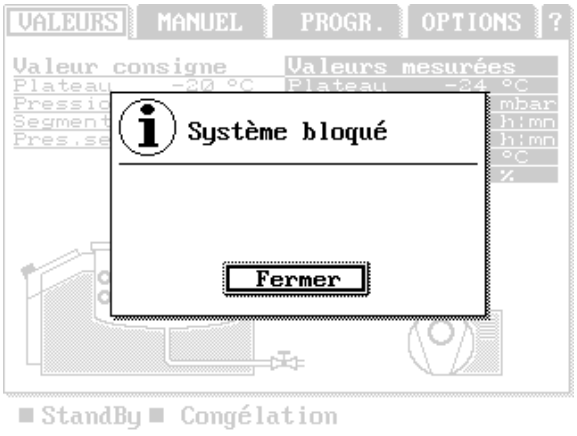



*Fig. 18 Fenêtre de dialogue « système bloqué »*

Pour le débloquage, appuyer encore une fois pour environ deux secondes sur la touche de fonction ⊗.

### Touche de fonction « °C≙mbar » ⏏

Un tableau peut être affiché en appuyant sur cette touche. Ce tableau est utilisé pour convertir la température du condenseur ou la vide dans la chambre de dessiccation conformément à la courbe de pression de vapeur sur glace. La conversion de la courbe de pression de vapeur sert à l'orientation et à la compréhension des relations entre la pression et la température de l'échantillon lors du processus de lyophilisation (voir chapitre 2.1). Ce tableau ne peut être affiché que dans le plan de l'appareil, dans une fenêtre de valeurs et dans une fenêtre des valeurs de consigne. Cette touche est donc bloquée si des menus contextuels ou d'autres fenêtres de dialogue sont ouverts.

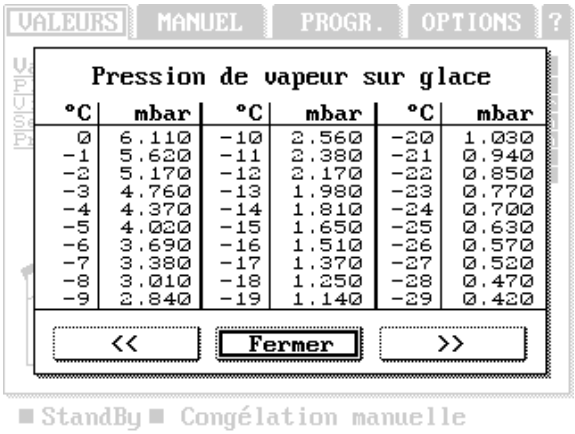



*Fig. 19 Tableau pour la courbe de pression de vapeur*

## 5.4. Mode manuel

Le mode manuel permet un contrôle manuel des différentes phases du processus : Congélation, congélation + préchauffage de la pompe à vide, dessiccation et dessiccation sécondaire. Dans le mode manuel, les valeurs de consigne sont paramétrées pour les différentes phases avant le démarrage du processus. Pré-sélectionner ensuite la phase correspondante et appuyer sur la touche de function « Run » (marche) ⏵ pour démarrer le processus. Après la fin d'une phase, il est nécessaire d'activer manuellement la prochaine phase, sans activation du mode Veille. Après le déroulement de toutes les phases – normalement après la fin de la phase « dessiccation sécondaire », il faut terminer le processus en appuyant sur la touche « Standby » (mode Veille) ⏹. Dans le mode manuel, l'utilisateur doit définir les durées des phases parce qu'elles ne sont pas définies automatiquement par le système.

Les phases suivantes sont disponibles dans le mode manuel

1. Congélation (seulement pour le processus A !)
2. Congélation et préchauffage de la pompe à vide
3. Dessiccation primaire
4. Dessiccation sécondaire

La fonction « préchauffage de la pompe à vide » active la pompe à vide, la vanne régulatrice de pression est fermée. Cette phase devrait durer au moins 20 minutes pour prolonger la durée de vie de la pompe à vide.

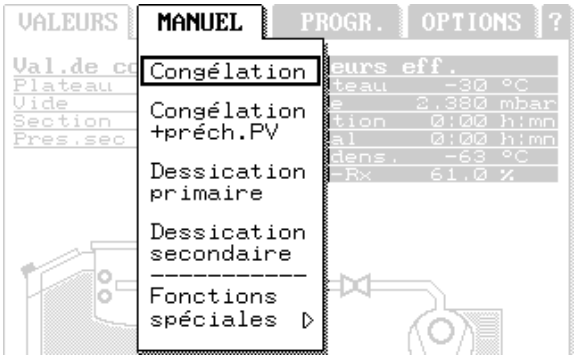



*Fig. 20 Menu contextuel pour le mode manuel*

## 5.4.1. Procédé pour l'entrée des valeurs de consigne dans le mode manuel

Les valeurs de consigne du processus sont enregistrées pour chaque phase dans un jeu de valeurs de consigne.

Pour ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante, choisir **VALEURS** → Valeurs de consigne pour le mode manuel.

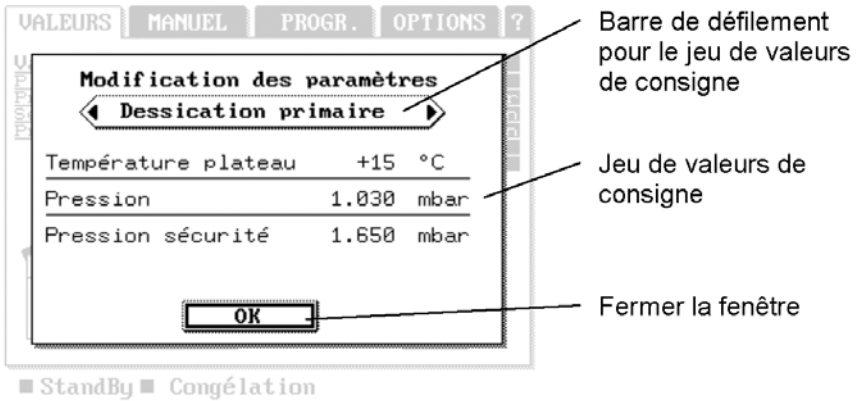



*Fig. 21 Fenêtre de dialogue pour l'entrée des valeurs de consigne dans le mode manuel*

Pour l'entrée des valeurs, choisir le jeu de valeurs de consigne correspondant (phase) dans la barre de défilement. Surbriller la barre de défilement en tournant le bouton « tourner-pousser » (●) et confirmer la sélection en appuyant sur ce bouton ●. La barre de

défilement se trouve maintenant dans le mode de sélection, c'est-à-dire que le jeu de valeurs peut être sélectionné (●). Les valeurs de consigne actuelles de la phase sont affichées. Le mode de sélection peut être quitté en appuyant sur le bouton ●.

*Fig. 22 Barre de défilement dans le mode de sélection*

Surbriller maintenant le jeu de valeurs de consigne qui doit être modifié en tournant le bouton (●) et confirmer la sélection ●. Le mode de modificaton est maintenant actif. Tourner le bouton pour choisir une des valeurs de consigne prédéfinies. Confirmer la sélection ● pour quitter le mode de modification et pour accepter la valeur de consigne.

*Fig. 23 Mode de modification pour les valeurs de consigne*

## 5.4.2. Valeurs de consigne pour la congélation manuelle

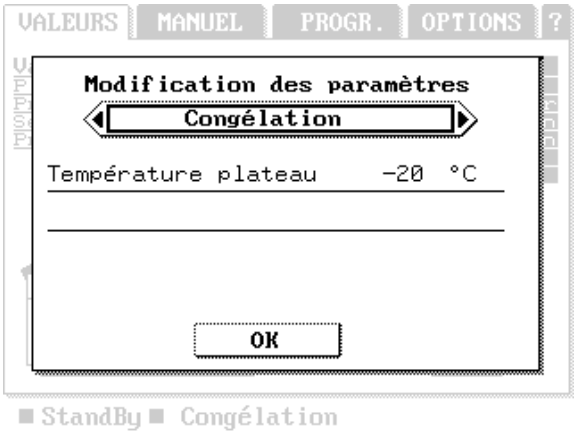



*Fig. 24 Jeu de valeurs de consigne pour les phases « congélation » et « congélation et préchauffage »*

Plage de valeurs admissibles

- Température de plateau : -100°C ... +100°C

Plage maximum de valeurs

- Température de plateau : -100°C ... +100°C

## 5.4.3. Valeurs de consigne pour la dessiccation manuelle et la dessiccation sécondaire

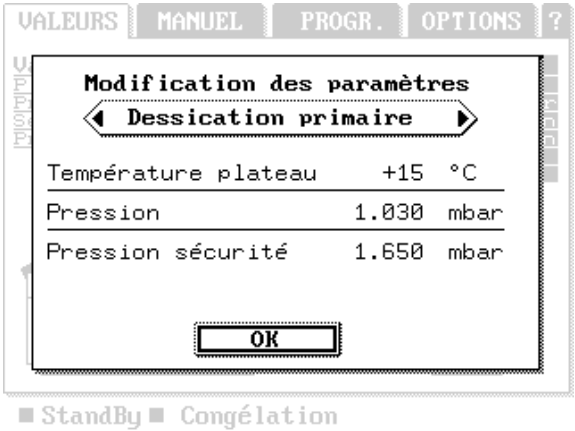



*Fig. 25 Jeu de valeurs de consigne pour la dessiccation manuelle et la dessiccation sécondaire*

Les valeurs de consigne pour la vide et la pression limite sont bloquées l'une contre l'autre. Ainsi, des entrées inadmissibles des valeurs de consigne peuvent être évitées.

Plage de valeurs admissibles

- plateau : -100°C ... +100°C
- vide : 0.0010 mbar ... pression de sécurité – 5°C
- pression de sécurité : vide +5°C … 6.110 mbar et Atm

Plage maximum de valeurs

- plateau : -100°C ... +100°C
- vide : 0.0010 mbar ... 4.020 mbar
- pression de sécurité :0.0023 mbar ... 6.110 mbar et Atm

La rélation entre le vide et la température est représentée dans le tableau de conversion « courbe de pression de vapeur sur glace », chapitre 2.1.

# 5.5. Module de programmation (option)

## 5.5.1. Généralités

Le module de programmation est utilisé pour préprogrammer le déroulement du processus défini dans le temps. Il est possible de gérer 30 différents programmes avec un maximum de 32 sections.

Chaque section est attribuée à une phase du processus (« Congélation », « Dessiccation primaire », « Dessiccation sécondaire ») et contient les valeurs de consigne suivantes : durée de la section, température du plateau, vide et pression de sécurité du dipositif chauffant. Ces valeurs de consigne représentent dans un diagramme température/temps ou vide/temps les points de base qui sont liés par des droites. Le déroulement du programme est contrôlé par les valeurs de consigne « température du plateau » et « vide » mentionnées ci-dessus. Comme dans les autres modes d'opération, les données du module de programmation sont affichées dans des fenêtres de valeurs, dans le plan de l'appareil et dans la barre d'état.

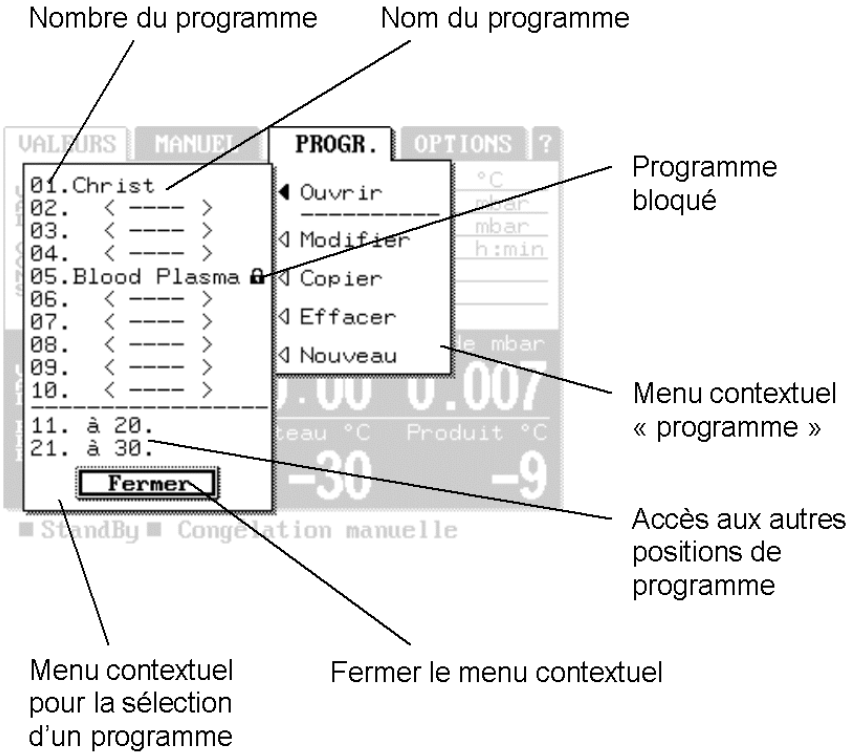



*Fig. 26 Fenêtre contextuelle du module de programmation*

Sélectionner **PROGRAMME** pour démarrer le module de programmation. Le démarrage du module de programmation n'est cependant pas possible s'il y a déjà un programme ouvert. De plus,

l'appareil doit se trouver en mode Veille. Un menu contextuel est affiché pour la sélection de la fonction désirée.

## 5.5.2. Nouveau programme

Pour la création d'un nouveau programme, choisir **PROGRAMME** → nouveau. Choisir ensuite une position libre de la liste des programmes. Les positions libres sont caractérisées par la chaîne de caractères < ---- >. Après la sélection d'une position de programme, le mode de modification de programme est actif. Le système ouvre le programme standard « Christ » comme base du nouveau programme. La date de création correspond à la date actuelle.

## 5.5.3. Modifier un programme

Il est possible d'adpater le programme individuellement au processus de lyophilisation. Choisir **PROGRAMME** → Modifier et sélectionner le programme désiré de la liste des programmes. Si le programme est bloqué contre l'accès par des personnes non-autorisées, il est nécessaire d'entrer une clé d'utilisateur de quatre chiffres. Cette clé d'utilisateur peut être définie en choisissant **OPTIONS** → autres → sécurité.

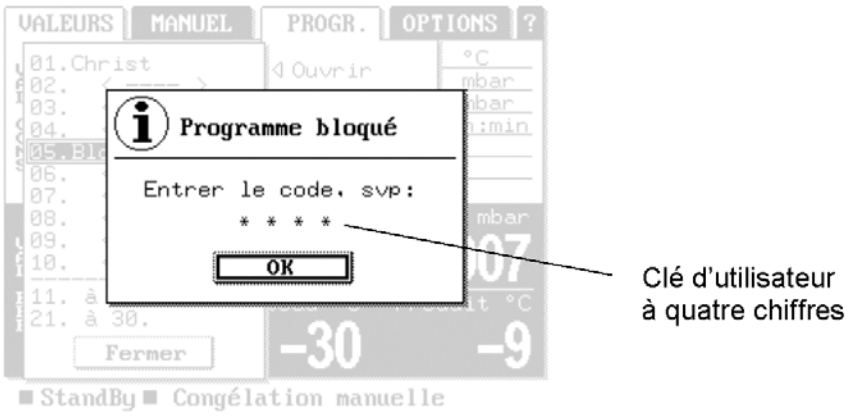



*Fig. 27 Fenêtre de dialogue pour l'entrée de la clé d'utilisateur*

Le module de programmation affiche toujours 3 sections pour établir un rapport aux sections précédente et suivante. La première section « préparation » est une phase fixe et ne peut pas être changée. Utiliser cette phase pour définir les conditions de départ du programme. Toutes les autres sections sont exécutées l'une après l'autre. Veuillez faire attention à l'ordre fixe des phases d'un programme : « préparation », « congélation », « dessiccation primaire » et « dessiccation sécondaire ». Il ne pas possible d'échanger une des phase contre une autre, par exemple il n'est pas possible de définir d'abord la phase « dessiccation primaire » et ensuite la phase « congélation ».

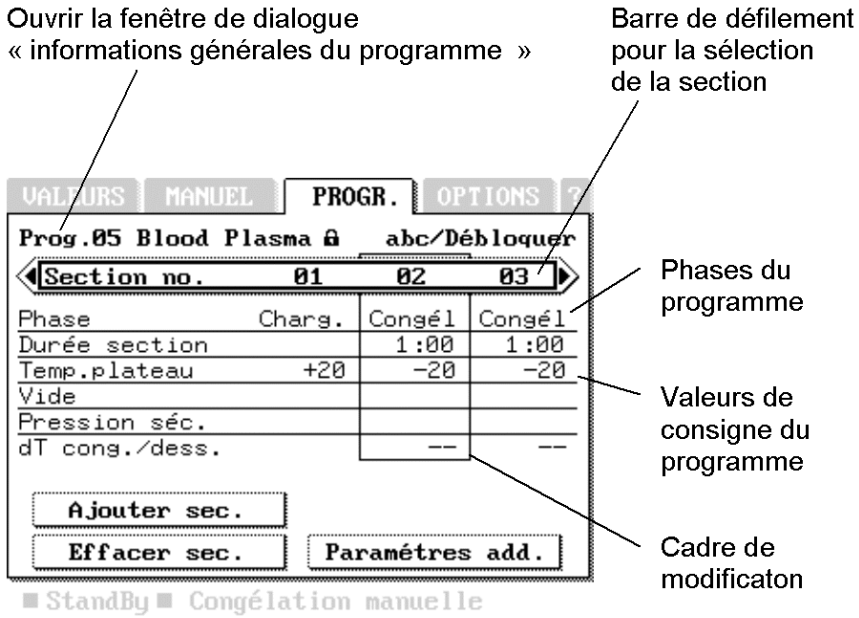



*Fig. 28 Le mode de modification de programme*

Le module de programmation peut être quitté en choisissant l'onglet **PROGRAMME**. Ce n'est qu'après que les modifications sont acceptées dans la mémoire de programme.

**Modifier un programme**

Pour la modification d'un programme, utiliser la barre de défilement pour la sélection des sections pour positionner la section désirée au milieu de la barre. Les valeurs de consigne correspondantes sont affichées dans le cadre de modification. Quitter la barre de défilement pour sauter dans le cadre de modification. Il est maintenant possible de modifier les phases ou les valeurs de consigne. Pour quitter le cadre de modification, choisir la position la plus haute (numéro de la section).

**Ajouter une section** Ajouter sec.

Ajoute une nouvelle section à la position qui est affichée dans le cadre de modification. Les valeurs de consigne sont adoptées de la section surbrillée. Un maximum de 32 sections est possible.

**Effacer une section** Effacer sec.

Efface la section qui est affichée dans le cadre de modification. Un minimum de 3 sections par programme est nécessaire.

**Paramètres additionnels** Paramétres add.

Sert à la définition de la durée du préchauffage de la pompe à vide. La pompe à vide est activée automatiquement par le module de programmation pour le préchauffage.

**Informations générales du programme**

Le nom du programme et l'état de bloquage peuvent être définis dans la fenêtre de dialogue « Informations générales du programme ».

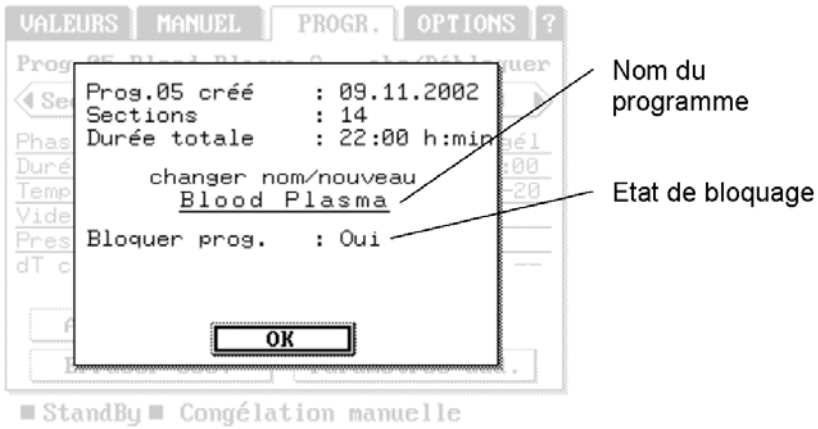



*Fig. 29 Informations générales du programme*

## 5.5.4. Ouvrir un programme

Sélectionner le programme de la liste de programmes avec **PROGRAMME** → Ouvrir. Des informations générales du programme sont affichées dans la fenêtre de dialogue qui est affichée maintenant. Choisir le bouton OUVRIR pour ouvrir le programme et pour fermer la fenêtre de dialogue. La barre d'état est actualisée. Appuyer sur la touche de fonction « Run » (marche) pour démarrer le programme.

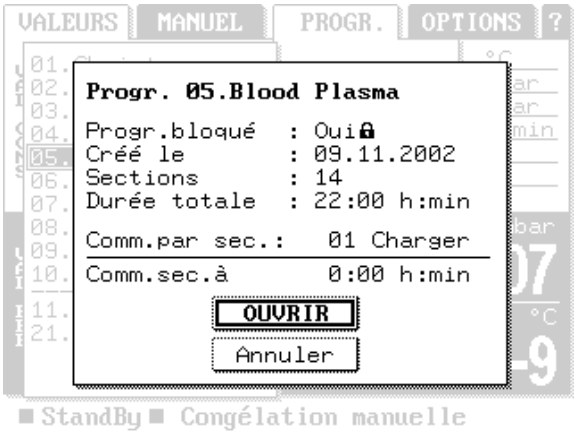



*Fig. 30 Fenêtre de dialogue « ouvrir programme »*

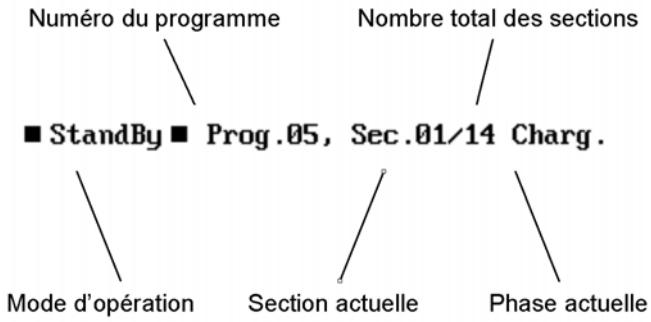



*Fig. 31 Barre d'état dans le mode de programme*

## 5.5.5. Copier un programme

Sélectionner le programme qui doit être copié (programme de source) de la liste de programmes avec **PROGRAMME** → `copier`. Il est seulement possible de copier des positions de programme occupées. Le système ignore la sélection d'une position libre. La sélection est aussi ignorée s'il n'y a plus de positions libres. Des informations générales du programme sont affichées dans la fenêtre de dialogue qui est affichée maintenant. Le système propose une des positions libres pour le nouveau programme. L'utilisateur peut choisir une autre position si nécessaire. Il est seulement possible de sélectionner une position libre. Choisir le bouton COPIER pour copier le programme source à la position cible. La fenêtre de dialogue est fermée. Choisir le bouton Annuler pour retourner à la liste de programmes.

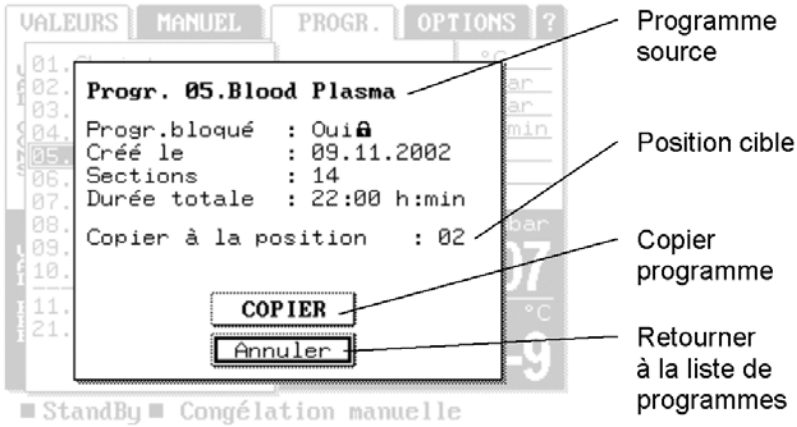



*Fig. 32 Fenêtre de dialogue « copier programme »*

## 5.5.6. Effacer un programme

Sélectionner le programme qui doit être effacé de la liste de programmes avec **PROGRAMME** → `effacer`. Il est seulement possible de choisir des positions occupées et débloquées. Le système ignore la sélection d'une position libre ou d'un programme bloqué. Après la sélection du programme, le système affiche une fenêtre de dialogue pour la confirmation d'effacement. Choisir le

bouton EFFACER pour effacer le programme et pour fermer la fenêtre de dialogue. Choisir le bouton Annuler pour retourner à la liste de programmes.

*Fig. 33 Fenêtre de dialogue « effacer programme »*

## 5.6. Système d'information du processus et de l'appareil

Le système d'information du processus et de l'appareil affiche et enregistre les défaillances et les messages d'erreurs. Les brèves défaillances ou les messages se produisant par exemple « pendant la nuit » peuvent être affichés le jour suivant. Les défaillances dépendantes sont aussi enregistrées et affichées. Le système d'information du processus et de l'appareil est équipé d'une sortie de relais pour le raccordement à une station de surveillance centrale.

Le système d'information du processus et de l'appareil fait une différence entre un message et un incident machine ou du processus. En cas d'une défaillance ou d'un message, le système d'information du processus et de l'appareil est affiché automatiquement. De plus, un signal sonore se fait entendre (5 fois à des intervalles d'environ 16 secondes) jusqu'à ce que le message soit confirmé. En cas des incidents machine ou du processus, la lampe d'opération active « Run » ou « Standby » clignote. La fenêtre de dialogue ne peut être quittée qu'après tous les défaillances et messages on été confirmés.

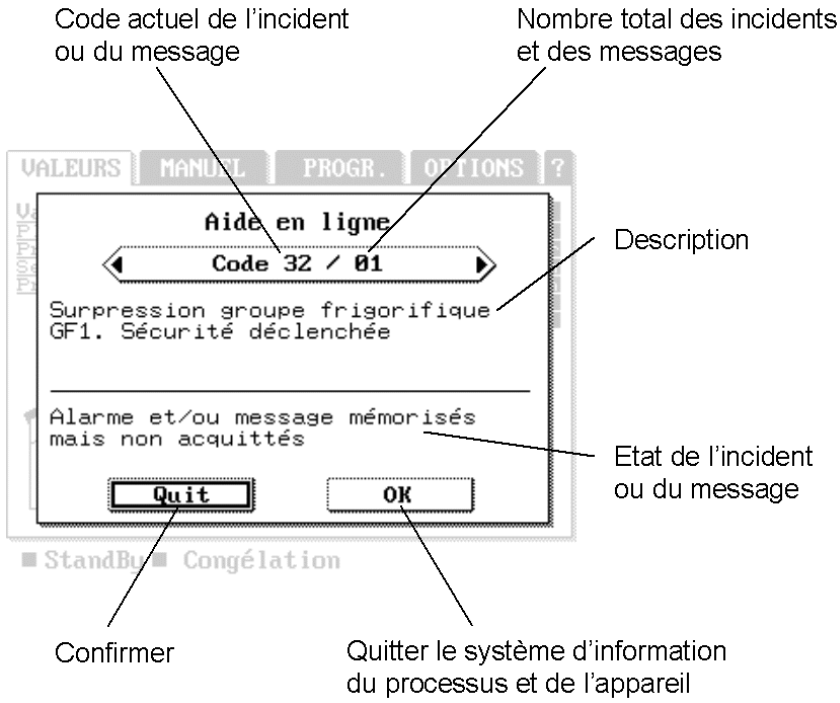



*Fig. 34 Fenêtre de dialogue « Système d'information du processus et de l'appareil »*

Les messages suivants sont saisis et affichés dans le système d'information du processus et de l'appareil :

## 5.6.1. Messages et renseignements

Pour les messages d'incidents machine, voire chapitre 6.7.1

**Code 03**

La pression a été supérieure à la pression de sécurité.

Ce message d'erreur est affiché si la pression a été inférieure à la pression de sécurité pré-sélectionnée. La pression a ensuite dépassée cette valeur lors du processus de la dessiccation. Vérifier si la pression de sécurité n'est pas réglée à une valeur trop basse ou si la quantité du produit ou la température du plateau ne sont pas réglées à des valeurs trop élevées. Des valeurs réglees incorrectement peuvent causer une augmentation excessive de la température du condenseur. La température ambiante de l'appareil ne devrait pas être plus élevée que +32°C.

**Code 25**

Note : La température du plateau programmée n'est pas atteinte à la fin du segment.

Seulement dans le module de programmation ! Ce message est affiché si la température pré-sélectionnée du plateau n'est pas atteinte à la fin de la section (+/- 1°C).

**Code 26**

Note : Le déroulement du programme est terminé. L'appareil est passé en mode manuel.

Seulement dans le module de programmation ! Le déroulement du programme est terminé. L'appareil est passé en mode manuel.

**Code 29**

Note : Maintenance de la pompe à vide. Réaliser la maintenance et réinitialiser le compteur d'heures d'opération.

Il est possible de définir un intervalle d'entretien pour la pompe à vide (voir « Options »). Choisir **OPTIONS** → autres → pompe à vide. Ce message est affiché dans le sytème d'information du processus et de l'appareil si la somme d'heures d'opération pré-sélectionnée est atteinte. Confirmer ce message. Réaliser l'entretien et remettre ensuite le compteur d'heures d'opération à zéro. Ce compteur compte les heures depuis le dernier entretien. Pour remettre le compteur, choisir **OPTIONS** → autres → pompe à vide et ensuite réinitialisation.

# 5.7. Options

Les fonctions de l'onglet **OPTIONS** servent à la configuration de base du système de contrôle.

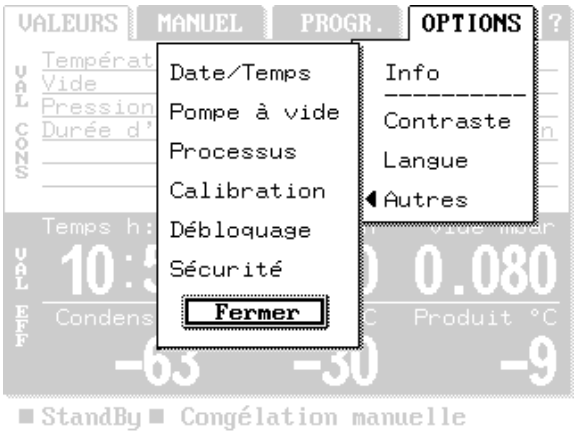



*Fig. 35 Onglet « Options »*

## 5.7.1. Informations

Choisir **Info** pour ouvrir le système d'information du processus et de l'appareil. Ce système affiche les messages d'erreurs éventuellement disponibles.

## 5.7.2. Contraste de l'affichage

Le contraste de l'affichage à cristaux liquides doit être ajusté individuellement selon l'angle de visée et selon les conditions de lumière. Ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante en choisissant **OPTIONS** → Contraste. Surbriller la barre de défilement en utilisant le bouton « tourner-pousser » (●) ⓿, tourner le bouton pour ajuster le contraste (●) et confirmer le nouvel ajustage avec le bouton ⓿. La plage de valeurs pour le contraste est déjà prédéfinie de sorte que l'utilisateur peut toujours voire le contenu de l'affichage d'un certain angle de visée, même si le contraste est réglé à 0 % ou à 100 %.

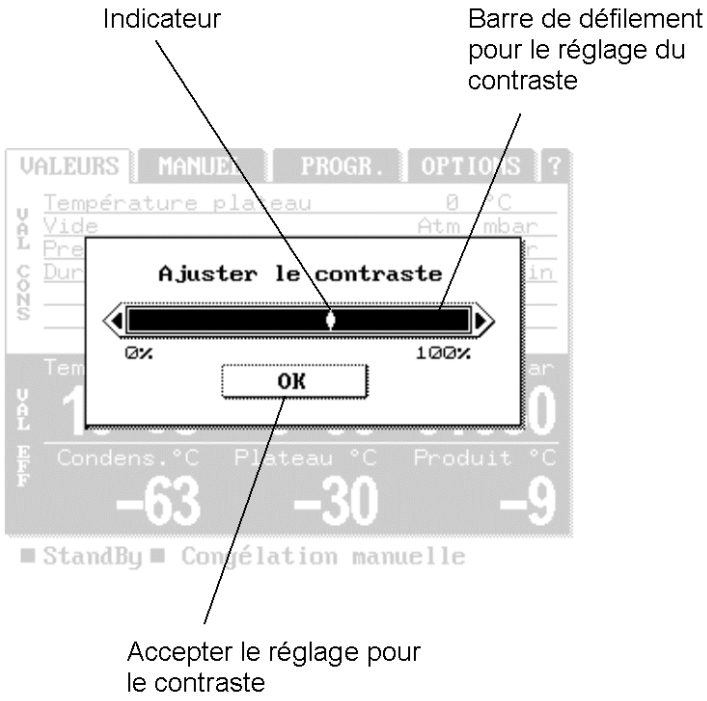



*Fig. 36 Fenêtre de dialogue pour l'ajustage du contraste*

## 5.7.3. Langue

Pour changer la langue du système de contrôle, choisir **OPTIONS** → Langue). Choisir le drapeau du pays correspondant en tournant le bouton ◉ et confirmer la sélection en appuyant sur le bouton ⓿. Le plan de l'appareil est ensuite affiché dans la nouvelle langue.

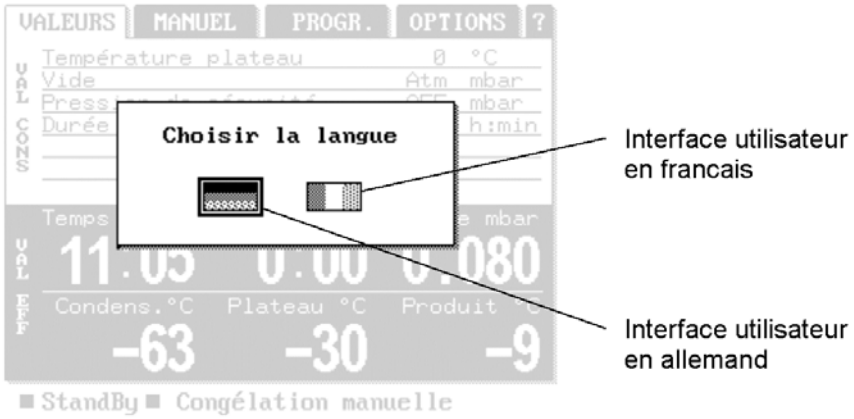



*Fig. 37 Fenêtre de dialogue pour la sélection de la langue*

## 5.7.4. Modifier la date et le temps

Le système de contrôle LSC dispose d'une horloge intégrée sauvegardée par une pile. Après une défaillance de cette pile, il est

nécessaire de régler l'horloge de nouveau. Pour le réglage, choisir **OPTIONS** → autres → date/heure. La date et l'heure réglées actuellement sont affichées comme valeurs de consigne lors de l'ouverture de la fenêtre.

Régler la date comme décrit ci-dessous :

Régler les valeurs actuelles pour le jour, le mois et l'année et confirmer ces valeurs avec ACCEPTER.

Régler l'heure comme décrit ci-dessous :

Régler les valeurs actuelles pour l'heure et la minute suivante. Au moment où la nouvelle minute commence confirmer les valeurs avec ACCEPTER. Le compteur des secondes est remis à zéro.

Exemple :

Il est actuellement 10 : 23 : 15 heures [heures : min. : sec.]. Il faut donc régler l'horloge à 10 : 24 heures [heures : min]. Au moment où la nouvelle minute commence, c'est-à-dire à 10 : 24 : 00 [heures : min : sec] choisir ACCEPTER.

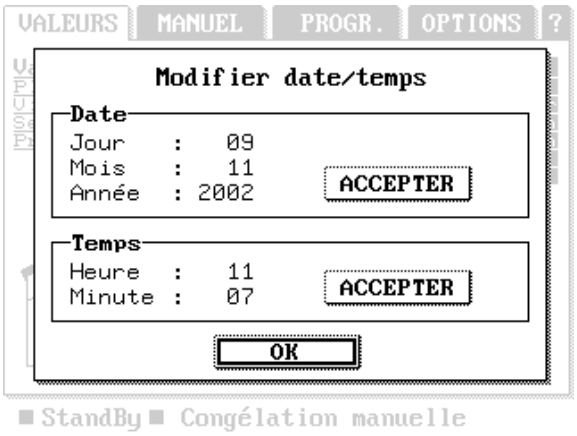



*Fig. 38 Fenêtre de dialogue pour la date et l'heure*

## 5.7.5. Intervalles de maintenance pour la pompe à vide

Pour définir et remettre les intervalles de maintenance pour la pompe à vide, choisir **OPTIONS** → autres → pompe à vide.

Les intervalles suivants peuvent être choisis : 100, 200, 300, 400, 500, 1000, 2000, 3000, 4000 heures. Si l'intervalle de maintenance est réglé à ∞, le système n'affiche pas de message pour la maintenance.

*Fig. 39 Fenêtre de dialogue pour l'intervalle de maintenance pour la pompe à vide*

## 5.7.6. Processus

Le processus (voir chapitre 3) peut être pré-sélectionné dans cette fenêtre de dialogue : **OPTIONS** → autres → processus. La représentation de l'appareil dans le plan de l'appareil dépend du réglage du processus. Si le processus B est choisi, la phase « congélation manuelle » n'est plus disponible car il est nécessaire de congéler le produit à l'extérieur de l'appareil (par exemple dans un congélateur). La phase « congélation manuelle et préchauffage de la pompe à vide est cependant disponible parce qu'elle est utilisée en premier lieu pour le préchauffage de la pompe à vide et pour la pré-réfrigération du condenseur.

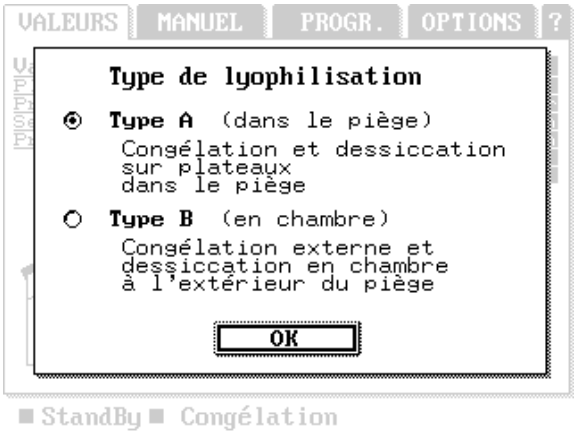



*Fig. 40 Fenêtre de dialogue pour le réglage du processus*

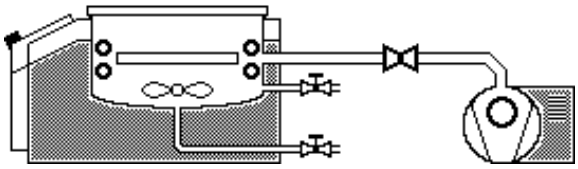


*Fig. 41 Plan de l'appareil pour le processus A*

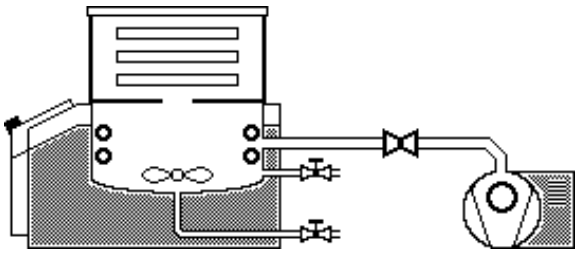


*Fig. 42 Plan de l'appareil pour le processus B*

## 5.7.7. Débloquage

Pour le débloquage du système choisir **OPTIONS** → autres → débloquer. Entrer la clé de débloquage à 6 chiffres dans la fenêtre de dialogue

*Fig. 43 Fenêtre de dialogue pour le débloquage du système*

## 5.7.8. Sécurité

L'utilisateur peut définir une clé d'utilisateur pour protéger les données de programme contre l'accès par des personnes non-autorisées. Choisir **OPTIONS** → autres → sécurité pour ouvrir la fenêtre de dialogue correspondante. Entrer la clé d'utilisateur valable. Ce n'est qu'après qu'une nouvelle clé d'utilisateur peut être definie. Cette clé est valable pour toutes les données de programme !

*Fig. 44 Fenêtre de dialogue pour l'introduction de la clé d'utilisateur*

Lors de la livraison, la clé d'utilisateur est réglée à « ØØØØ ».

*Fig. 45 Fenêtre de dialogue pour l'introduction de la nouvelle clé d'utilisateur*

## 5.7.9. Calibration du système

Les valeurs qui sont nécessaires pour la calibration du système sont affichées dans une fenêtre de dialogue. Pour ouvrir cette fenêtre, choisir **OPTIONS** → autres → calibration.

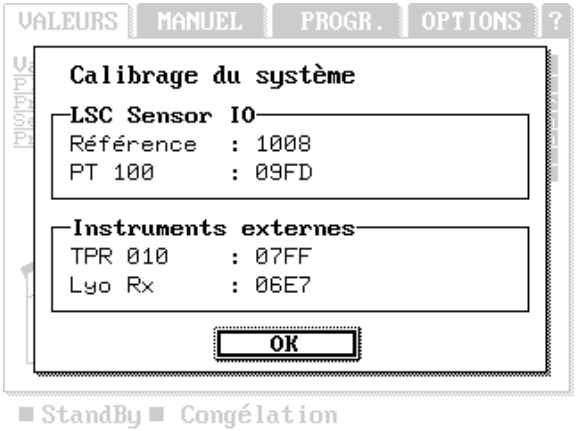



*Fig. 46 Fenêtre de dialogue pour la calibration du système*

Il y a deux types de calibration, la calibration de la carte entrées-sorties du capteur et la calibration des modules de mesures extérieurs (Pirani et Lyo Control).

Carte entrées-sorties du capteur LSC

La carte entrées-sorties du capteur LSC convertit les signaux de mesure analogues de façon qu'ils puissent être traités comme signaux digitaux dans le système de contrôle. Deux ajustages sont nécessaires pour la calibration de cet équipement électronique.

# 5.8. Guide bref intégré

Le guide bref intégré ne remplace pas le manuel d'instructions mais il contient de brèves descriptions concernant l'opération du système, l'entrée des paramètres et les modes d'opération.

Pour ouvrir le guide bref choisir l'onglet ?. Le système affiche une table de matières. Utiliser les boutons [<<] et [>>] pour faire afficher les différentes pages du guide. Pour quitter le guide bref, choisir [Fermer]. Le système affiche alors la fenêtre principale.

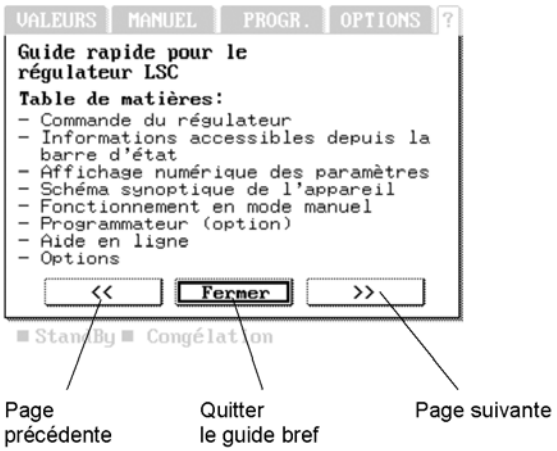



*Fig. 47 Table de matières du guide bref*

# 6. Instructions pour corriger des erreurs

## 6.1. Coupure de courant

Après une coupure de courant, le système de contrôle continue le processus. Les conditions préréglées restent sauvegardées même en cas d’un déroulement de processus automatique.

En cas de panne de courant pendant la lyophilisation, tous les échantillons peuvent être rendus inutilisables. La possibilité de sauver ou non les échantillons dépend de la phase de séchage atteinte par le produit au moment de la panne.

Il faut différencier les phases de dessiccations primaire et secondaire :

Le produit est en phase de dessiccation secondaire lorsque l'humidité restante est de 5% environ. Au-dessous de cette valeur, le produit n'est généralement pas endommagé en cas de panne de courant.

Si le produit est en phase de dessiccation primaire, nous conseillons de ventiler l'appareil, de sortir le produit et de le conserver dans un congélateur. Vidanger le condensat de dégivrage avant de remettre le système en marche.

## 6.2. Vide insuffisant

Les vannes pour vide poussé demandent une attention spéciale. Vérifier la vanne de dégivrage, le purgeur d’air ainsi que les robinets en caoutchouc.

Nous conseillons, après avoir déconnecté le cordon d'alimentation, de dévisser le panneau latéral gauche de l'appareil et de déconnecter dans l'appareil le tuyau de la vanne de vidange, de boucher la connexion du tuyau avec un bouchon en caoutchouc et de faire le vide dans l'appareil. Si l'appareil atteint à présent la pression de fonctionnement nécessaire, cela indique la présence d'une fuite dans

la vanne. Ceci peut être dû à des résidus de lyophilisation, à des particules de chiffon ou à une usure des anneaux toriques d’étanchéité.

Pour y remédier, nous conseillons de dépressuriser l'appareil et de le ventiler en utilisant la vanne de vidange de façon à emporter les éventuels résidus. Si nécessaire, remplacer les anneaux toriques d’étanchéité.

Si la fuite ne disparaît pas de cette façon, nettoyer ou remplacer la vanne de vidange.

Procédér de la même façon en cas d’une fuite dans le purgeur d’air.

Contrôler le joint du couvercle en vue de salissures ou d’endommagements. Nettoyer ou remplacer le joint si nécessaire.

Vérifier que toute la surface du bouchon rodé de la chambre de dessiccation montable est uniformément enduite de graisse à vide.

Pour tester les chambres de dessiccation à 8 connexions pour robinets de caoutchouc, retirer les robinets et fermer les raccords avec des bouchons en caoutchouc. Raccorder un robinet après l'autre et les tester sous vide pour vérifier leur étanchéité.

Vérifier que le capteur de vide n'est pas encrassé par exemple par des résidus d’eau.

La capteur de vide a une durée de vie limitée du fait de sa conception. Des capteurs sont disponibles en pièces détachées (TPR 010, numéro de commande 125480).

Contrôler l'affichage du vide à l'aide d'un testeur (si disponible).

Pour localiser une fuite éventuelle, nous recommandons de connecter le capteur de vide directement sur l'aspiration de la pompe à vide. Si la pompe à vide chaude atteint une pression finale de 0,011 mbar minimum, la pompe à vide et le système de mesure sont en bon état. Il y a probablement une fuite dans l'appareil si le vide insuffisant n'est pas dû à une température insuffisante du condenseur.

Vérifier l'huile dans la pompe à vide, changer l'huile si elle est sale et tester la pression.

S’il y a toujours un vide insuffisant, l'étape suivante consiste à vérifier les connexions des petites brides (voir chapitre 4.8.2) et spécialement la position des bagues de centrage. Il n'est généralement pas nécessaire de graisser les joints avec de la graisse à vide.

La pompe à vide ne se met pas en marche :

La pompe à vide est équipée d'un disjoncteur de sécurité pour le moteur.

(Se reporter au manuel d'instructions de la pompe à vide).

Information générale :

Vérifier le vide lorsque le condenseur est à basse température.

## 6.3. Le'appareil ne fonctionne pas

Si l'écran initial n'est pas affiché après avoir mis l'appareil sous tension, vérifier les points suivants :

- Le cordon d'alimentation est-il branché ?
- Vérifier les fusibles intégrés
- Vérifier le fusible 1F1 à l'arrière de l'appareil
- Vérifier le fusible intérieur 202F3

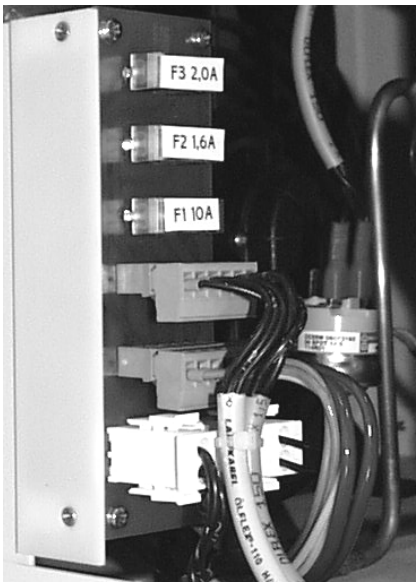
## 6.4. Le chauffage ne fonctionne pas

Veuillez considérer que le chauffage n'est activé pendant le processus du dessiccation primaire ou sécondaire qu'après la pression de sécurité préréglée est atteinte.

Si la pression actuelle est inférieure à la valeur préréglée et que le chauffage ne soit pas encore activé, vérifier le fusible intérieur 202F1.

## 6.5. Le ventilateur (piège) ne fonctionne pas

- Vérifier la connection haute précision dans le piège.
- Vérifier le fusible intérieur 202F2.




*Fusibles intérieurs*

Les fusibles intérieurs 202F1, 202F2 et 202F3 se trouvent derrière le panneau latéral gauche. Mettre l'appareil hors service et déconnecter le cordon d'alimentation. Démonter le panneau latéral gauche.

## 6.6. Température du condenseur ou du plateau insuffisante

Le groupe frigorifique est équipé d'un dispositif protecteur contre des surpressions et d'une protection thermique du moteur.

Les systèmes de protection sont activés et le compresseur est mis hors service avec

- des températures ambiantes excessives
- une circulation d'air insuffisante dans l'échangeur de chaleur du compresseur de réfrigération
- une surcharge du système réfrigérateur

Lorsque les conditions de fonctionnement sont à nouveau rétablies (après quelques minutes), le compresseur de réfrigération se remet automatiquement en marche par l'intermédiaire du disjoncteur de protection.

Les défaillances importantes sont affichées dans le système d'information du processus et de l'appareil.

La température minimale du condenseur d'environ -55°C ou -85°C est atteinte si le condenseur n'est pas chargé et si le piège est mis sous vide.

Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Ne rien poser derrière l'appareil.

## 6.7. Le système d'information du processus et de l'appareil

### 6.7.1. Messages d'erreur

**Code 01**

```
Le vide de 6,11 mbar n'est pas atteint après 15 min
de marche. Pompe mise hors tension. Fuite de vide
ou défaillance de la pompe.
```

Ce message est affiché si la pression de 6,11 mbar n'est pas atteinte dans le piège après 15 minutes d'opération et que la vanne régulatrice de pression soit ouverte. Cela indique une fuite dans le système de vide. Ce message est nécessaire pour éviter que la pompe travaille contre la pression atmosphérique pour une durée assez longue. La cause peut en être une fuite dans le système de

vide (purgeur d'air ou vanne de vidange pas fermé, logement incorrect du couvercle ou de la chambre de dessiccation ou bouchon rodé manquant dans le couvercle ou dans la chambre de dessiccation) ou un défaut de la pompe à vide (vérifier si la pompe à vide a été mise en service à l'aide du commutateur principal). La vanne régulatrice de pression est fermée et la pompe à vide est arrêtée. Rémédier au défaut et confirmer le message.

**Code 02**

`Pression de sécurité programmée n'est pas atteinte après 20 minutes de fonctionnement.`

Ce message est affiché si la pression de sécurité préréglée n'est pas atteinte après 20 minutes d'opération et que la vanne régulatrice de pression soit ouverte. Vérifier si la valeur réglée pour la pression de sécurité est trop basse.

**Code 03**

Voir chapitre 5.6.1.

**Code 04**

`Surchauffe condenseur. Température du condenseur >= 65°C! L'appareil a été passé en mode veille.`

Ce message est affiché si la température du condenseur est égale à ou dépasse +65°C. Simultanément, toutes les unités en opération sont arrêtées, c'est-à-dire, l'appareil passe automatiquement en mode Veille. Le message est affiché lors du dégivrage si la température du condenseur est égale à ou dépasse +65°C. Le groupe frigorifique est arrêté pour assurer qu'il n'est pas utilisé à des températures ambiantes trop élevées. L'appareil peut être remis en service quand la température est inférieure à +65°C. De plus, il est nécessaire de confirmer le message.

**Code 23**

`Coupure de courant. L'alimentation électrique a été interrompue !`

Une panne de secteur est affichée si l'alimentation en courant a été interrompue dans les conditions d'opération (mode Run/Marche). Le processus est continué dès que l'alimentation en courant sera rétablie.

**Code 25**

Voir chapitre 5.6.1.

**Code 26**

Voir chapitre 5.6.1.

**Code 27**

Veuillez contacter le service après-vente !

Note : Module de commande incorrect.

**Code 28**

Veuillez contacter le service après-vente !

Note: Module système incorrect.

**Code 29**

Voir chapitre 5.6.1.

**Code 30**

Note : Erreur mémoire interne. Vérifier les réglages (valeurs de consigne) et la pile de sauvegarde.

Ce message est affiché lors de la mise en service de l'appareil si la pile de sauvegarde pour les paramètres et l'horloge n'a pas assez de charge. Remplacer la pile de sauvegarde par une nouvelle pile. Il est ensuite nécessaire de régler l'horloge de nouveau (voir chapitre 5.7.4). Les paramètres (valeurs de consigne etc.) – à l'exception des modifications réalisées pendant la dernière phase d'opération – sont rechargés de la deuxième mémoire des constantes. Ils sont donc conservés même au cas d'une panne de la pile de sauvegarde. Il est toutefois conseillé de vérifier les réglages.

**Code 31**

Veuillez contacter le service après-vente !

Note : Erreur mémoire interne. La configuration réglée en usine a été chargée. Vérifier la pile de sauvegarde.

**Code 32**

Surpression groupe frigorifique GF1. Sécurité déclenchée.

Surpression dans le groupe frigorifique GF1, déclenchée par le dispositif protecteur. Vérifier la température ambiante, une circulation d'air suffisante et la charge de l'appareil.

**Code 33 (seulement ALPHA 2-4 LSC)**

`Surpression groupe frigorifique GF2. Sécurité déclenchée.`

Surpression dans le groupe frigorifique GF2, déclenchée par le dispositif protecteur. Vérifier la température ambiante, une circulation d'air suffisante et la charge de l'appareil.

**Code 40**

`Capteur de température du condenseur défectueux ou déconnecté.`

Ce message est affiché si le capteur de température n'est pas connecté correctement où qu'il ne fonctionne pas. Veuillez contacter le service après-vente !

**Code 41**

`Mesure invalide de la pression .Capteur déconnecté ou capteur/carte électronique défectueux.`

Ce message est affiché si le filament de chauffage du capteur du vide est cassé ou si le dispositif électronique de valeur de mesure ne fonctionne pas ou si le capteur de vide n'est pas connecté.

# 7. Maintenance et nettoyage

## 7.1. Piège du condenseur

Avant chaque mise en service, vérifier que tous les résidus d'eau ont été retirés du piège. Essuyer le piège si nécessaire.

Nous conseillons d'ouvrir la vanne de vidange puis de la refermer avant chaque lyophilisation.

## 7.2. Codenseur

Un condenseur à ailettes est utilisé pour refroidir le réfrigérant comprimé par l'échangeur thermique. Le condenseur est placé au fond de l'appareil. Il doit être vérifié régulièrement tous les quelques mois. Retirer si nécessaire la poussière et les saletés. L'échangeur thermique peut être nettoyé avec une brosse, avec un aspirateur par l'extérieur ou avec de l'air comprimé par l'intérieur de l'appareil.

Un excès de saleté sur le condenseur entraînera une perte de performances et des pannes de l'appareil !

**Remarque** : ne pas retourner l'appareil !

## 7.3. Ajustage et maintenance du capteur de vide TPR010

**Maintenance du capteur de vide :**

Le filament en tungstène a une durée de vie limitée à cause de la réaction chimique avec quelques composants des gaz ambiants. Le tungstène réagit en particulier avec le carbone pour former le carbure de tungstène. Le filament devient fragile et casse. Pour prolonger la durée de vie des jauges Pirani, il est absolument nécessaire d'éviter tout contact avec des substances qui contiennent du carbone.

Un appareil de lyophilisation doit être ventilé à la fin du processus de dessiccation. De plus, il est nécessaire de retirer le produit. Le

processus du dégivrage est réalisé avec une vanne de vidange ouverte et à l'aide d'eau chaude (max. +50°C). Essuyer le piège pour le sécher.

Ne jamais dégivrer l'appareil en le laissant pour une durée assez longue à la température ambiante. Des réactions chimiques entre le filament en tungstène et l'atmosphère ambiant peuvent en être la conséquence.

Après le dégivrage et le dessèchement de l'appareil, nous conseillons d'évacuer l'air pour environ 30 minutes avec une vanne de lest d'air ouverte. De cette façon, il est possible de retirer tous les résidus qui pourraient réagir avec le filament en tungstène.

## 7.4. Robinets en caoutchouc

Faire spécialement attention aux robinets en caoutchouc. Si ces robinets se grippent, il faut les démonter, les nettoyer, les enduire légèrement de graisse à vide et les remonter.

## 7.5. Pompe à vide

Pour l'entretien de la pompe à vide, se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide.

En complément, nous voudrions attirer l'attention sur les points suivants :

Vérifier régulièrement le niveau d'huile de la pompe à vide par le regard (au moins une fois par semaine en cas d'usage intensif). Rajouter l'huile manquante par l'orifice de remplissage d'huile. Une consommation d'huile ne peut pas être évitée du fait de l'utilisation de lest d'air. Se référer aux instructions de la pompe à vide pour la mise à niveau.

Changer l'huile la première fois après une centaine d'heures d'utilisation environ. Les intervalles entre les vidanges suivantes dépendent des conditions d'utilisation. En général, l'huile doit être changée toutes les 500 à 1000 heures d'utilisation.

Toujours vidanger l'huile pendant que la pompe est chaude.

## 7.6. Filtre d'échappement

Si l'appareil est équipé d'un filtre d'échappement (nécessaire si les gaz d'échappement ne peuvent pas être évacués à l'air libre ou dans un système de ventilation), faire attention à ce que le niveau de condensat dans le filtre ne monte pas trop haut. Evacuer le condensat à l'aide de la vis moletée en bas du filtre.

(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

# 7.7. Nettoyage

## 7.7.1. Nettoyage du lyophilisateur

Utiliser de l'eau savonneuse ou d'autres détergents doux solubles dans l'eau pour nettoyer le lyophilisateur. Eviter l'utilisation de substances corrosives et agressives. Ne pas utiliser de solutions alcalines ou de solvants ou agents contenant des particules abrasives. Retirer les résidus de produit de la chambre à l'aide d'un chiffon. Il est conseillé d'ouvrir le couvercle ou la chambre de dessiccation lorsque le lyophilisateur n'est pas utilisé pour que l'humidité puisse s'évaporer.

**En cas de risque de contamination par un produit toxique, radioactif ou pathogène, respecter des mesures de sécurité spéciales.**

## 7.7.2. Nettoyage des accessoires

Pour l'entretien des accessoires, respecter les règles de sécurité car ces mesures assurent en même temps la fiabilité du fonctionnement.

Les réactions chimiques et la corrosion sous contrainte (combinaison de changements de pression et réactions chimiques) peuvent affecter ou détruire la structure des métaux et des pièces en matières synthétiques. Des craquelures difficilement détectables se propagent sur la surface et affaiblissent le matériau sans signe visible. Lorsqu'une détérioration visible sur la surface, une craquelure, une marque ou n'importe quelle autre modification, y compris la corrosion, est détectée, la pièce (plateau, récipient, chambre de dessiccation, etc.) doit être immédiatement remplacée.

Afin d'éviter de les endommager, nettoyer régulièrement le ventilateur, le joint du couvercle, les récipients, les portoirs, la chambre de dessiccation et les plateaux.

Le nettoyage des accessoires doit se faire à l'extérieur du lyophilisateur une fois par semaine ou de préférence après chaque utilisation.

**En cas de risque de contamination par un produit toxique, radioactif ou pathogène, respecter des mesures de sécurité spéciales.**

Les accessoires en aluminium sont particulièrement sensibles à la corrosion. Utiliser un agent neutre avec une valeur de pH comprise entre 6 et 8 pour ces pièces. Eviter les agents alcalins (pH > 8). Ceci augmente leur durée de vie et diminue la corrosion.

Un entretien soigneux par l'utilisateur augmente la longévité et évite les défaillances prématurées des accessoires. Les dommages causés par un manque de soin constituent un motif d'annulation de la garantie.

### 7.7.3. Entretien du purgeur d’air et de la vanne de vidange

Apporter un soin particulier au purgeur d’air et à la vanne de vidange. Le dépôt à ces endroits de résidus des lyophilisations précédentes entraîne un risque de mauvais fonctionnement du lyophilisateur. Par conséquent, faire attention à ce qu'aucun produit ou résidu n'atteigne le tuyau vers la vanne de vidange ou vers le purgeur d’air.

### 7.7.4. Désinfection de la chambre de dessiccation, du couvercle et des accessoires

Tous les désinfectants habituels comme par exemple l'INCIDUR, Melisiptol Sagrotan, Buraton ou Terralin (obtenus auprès de fournisseurs pour laboratoires) peuvent être utilisés.

NOTE ! Vérifier la compatibilité des produits avec le couvercle; consulter également l'annexe “Chemical behaviour PLEXIGLAS® (acrylic glass)".

Les lyophilisateurs et les accessoires sont constitués de différents matériaux. Tenir compte d'une possibilité d'incompatibilité. Pour l'autoclavage, vérifier la stabilité à la température de chaque matériau. Nous contacter en cas de doute. **La désinfection du lyophilisateur et des accessoires est préscrite en cas d'utilisation de matières dangereuses.**

### 7.7.5. Vérifications par l'utilisateur

L'utilisateur doit vérifier que les pièces importantes du lyophilisateur mettant en jeu la sécurité ne sont pas endommagées.

Ceci fait spécialement référence à :

1. Couvercle ou chambre de dessiccation
2. Joints
3. Niveau d'huile de la pompe à vide
4. Accessoires, surtout les modifications de structure comme la corrosion, les craquelures, l'abrasion et l'usure des matériaux, etc.

Vérifier également régulièrement le conducteur de mise à la terre.

# 8. Options

## 8.1. Système de contrôle du processus LPC-16, logiciel

Sur demande.

Se référer au manuel d'utilisation particulier.

## 8.2. Système de contrôle du processus LPC-16, logiciel avec matériel (PC)

Sur demande.

Se référer au manuel d'utilisation particulier.

## 8.3. Contrôle d'augmentation de pression

## 8.4. Module de programmation

## 8.5. Enregistreur de données

# 9. Annexe

Déclaration de conformité ALPHA 1-4 LSC / ALPHA 2-4 LSC

---

Manuel d'instructions de la pompe à vide (en cas de livraison)

Manuel d'instructions du filtre d'échappement (en cas de livraison)

---

Prospectus «  Freeze Dryer – the ALPHA-series  »

Prospectus «  The Accessories for Freeze Drying  »

Prospectus «  Freeze Dryers – the program  »

---

Chemical behaviour ®Plexiglas
(matériau de la chambre de dessiccation et du couvercle)

Pulvérisateur de désinfectant INCIDUR

(matériau de tous les composants en contact avec le milieu)

---

Déclaration de retour

Déclaration de décontamination

röhm
Degussa-Hüls Group

# Chemical Behaviour

## PLEXIGLAS® GS
## PLEXIGLAS® XT

The stated behaviour was established for the grades PLEXIGLAS GS 215, 218, 221, 222, 224, 231, 233, 240, 245 and 2458 as well as for PLEXIGLAS XT. The extruded materials are, however, attacked more easily by solvents.

For greater chemical resistance, grade PLEXIGLAS GS 209 is recommended.

The data given refer to a test temperature of 23 °C and presuppose stress-free installation.

The behaviour of the material in practice depends largely on the temperature in use. In case of doubt, we advise you to consult us as to the chemical resistance for particular applications.

**The results obtained for all products, especially the branded ones, refer to the production batch tested in each case.**

**Paints, etc.**
o Acrylic paints and lacquers
+ Non-aromatic benzines
- Nitrocellulose lacquers
+ Oil paint, pure
- Thinners in general

**Antistatics**
+ HB 155
+ Antistatic fluid and cleaning agent

**Technical baths**
+ Electroplating baths
+ Photochemical baths

**Building materials and protectives**
- Bitumen emulsion
+ Cement
+ Gypsum
o Hot bitumen
+ Mortar
+ Red lead

**Chemicals, solvents, etc.**
**a) General**
- Acetic acid, concentrated
o Acetic acid, up to 25%
- Acetone

röhm
Degussa–Hüls Group

+ Alum
+ Aluminium chloride
+ Aluminium oxalate
+ Aluminium sulphate
- Ammonia water
+ Ammonium sulphate
- Amyl acetate
- Aniline
+ Arsenic
+ Arsenic acid
+ Battery acid
- Benzaldehyde
- Benzene
+ Benzine, pure
- Bromine
- 1-Butanol
- Butyl lactate
+ Butyric acid, up to 5%
+ Calcium chloride
+ Calcium hypochlorite
- Carbon disulphide
- Carbon tetrachloride
- Chlorinated hydrocarbons
- Chlorine, liquid
o Chlorine water
- Chloroethyl ether
- Chlorophenol
o Chromic acid
+ Citric acid, up to 20%
+ Copper sulphate
- Cresol
+ Cyclohexane
- Diacetone alcohol
o Diamyl phthalate
- Dibutyl phthalate
+ Diethylene glycol
- Dioxane
- Ether
- Ethyl acetate
- Ethanol, concentrated
o Ethanol, up to 30%
- Ethyl bromide
- Ethyl butyrate
- Ethylene bromide
+ Ferric chloride
+ Ferrous chloride
+ Ferrous sulphate
+ Formic acid, up to 2%
o Formic acid, up to 40%
+ Glycerol
+ Glycol
+ Heptane
+ Hexane
+ Hydrochloric acid
+ Hydrofluoric acid, up to 20%
+ Hydrogen peroxide, up to 30%
+ Iodine, metallic

röhm
Degussa-Hüls Group

+ Lactic acid, up to 20%
+ Magnesium chloride
+ Magnesium sulphate
+ Manganese sulphate
+ Mercury
- Methanol, concentrated
o Methanol, up to 30%
- Methyl ethyl ketone
- Methylated spirits
+ Milk of lime
+ Monobromonaphthalene
+ Nickel sulphate
+ Nitric acid, up to 40%
- Nitric acid, over 40%
+ Oxalic acid
- Perchloroethylene
+ Petroleum
+ Petroleum ether
- Phenols
+ Phosphoric acid, up to 50%
- Phosphorus trichloride
- Phosphorus, white
+ Picric acid, 1% in water
+ Potassium bichromate
+ Potassium carbonate
+ Potassium chloride
+ Potassium cyanide
+ Potassium hydroxide solution
+ Potassium nitrate
+ Potassium permanganate
o 2-Propanol
+ Propylene
- Pyridine
- Silicon tetrachloride
+ Silver nitrate
+ Soap solution
+ Soda
+ Sodium bisulphite
+ Sodium carbonate
+ Sodium chlorate
+ Sodium chloride
+ Sodium hydroxide solution, 30%
+ Sodium hypochlorite
+ Sodium sulphate
+ Sodium sulphide
+ Stannous chloride
+ Stearic acid
+ Sulphur
- Sulphur dioxide, liquid
+ Sulphuric acid, up to 30%
o Sulphurous acid, conc.
+ Sulphurous acid, up to 5%
+ Sulphuryl chloride
+ Tartaric acid, up to 50%
- Thionyl chloride
- Toluene
+ Triethylamine

röhm
Degussa-Hüls Group

- Trichloroacetic acid
+ Turpentine
+ Turpentine substitute
+ Urea, up to 20%
- Xylene
+ Zinc sulphate, aqueous
+ Zinc sulphate, solid

**b) Branded products**
+ CLOPHEN® T 55, A 60
o DEKALIN®
o FRIGEN® A 12 ($CF_2Cl_2$)
- GLYBAL® A
+ PALATINOL® K
o PALATINOL® 0, BB new
+ SANGAJOL®
+ TERAPIN®
- TETRALIN®

**Disinfectants**
**a) General**
- Carbolic acid
+ Chlor. lime paste
+ Hydrogen peroxide, up to 40%
o Hydrogen peroxide, over 40%
- Iodine tincture, 5%
+ Lugol solution
- Methylated spirits
+ Sublimate

**b) Branded products**
o ÄTHROL® up to 5%
- BAKTOLAN®, conc.
+ BAKTOLAN®, up to 5%
+ CHINOSOL®, up to 1%
+ CHLORAMIN®, solution
- CHLORAMIN®, suspension
+ ELMOCID GAMMA®, up to 2%
- LYSOFORM®
+ MEFAROL®, up to 1%
+ MERCKOJOD®, up to 1%
+ MERFEN®
+ PERHYDROL®
+ PERODIN®
+ SAGROTAN®, up to 2%
o SAGROTAN®, up to 5%
o VALVANOL®, up to 2%
+ ZEPHIROL®, up to 5%

**Fertilisers**
+ NITROPHOSKA®, various grades

**Fats, oils, waxes**
+ Animal
+ Mineral
o Silicone oil
+ Vegetable

röhm
Degussa-Hüls Group

**Gases and vapours**
+ Ammonia
o Bromine vapours, dry
+ Carbon dioxide
+ Carbon monoxide
+ Citygas
o Chlorine vapours, dry
+ Exhaust gases containing HCl
+ Exhaust gases containing HF
+ Exhaust gases containing $H_2SO_4$
+ Hydrogen sulphide
+ Methane
+ Nitrogen dioxide
+ Nitrogen monoxide
+ Oxygen
+ Ozone
+ Sulphur dioxide, dry

**Beverages, etc.**
+ Beer, wine
+ Camomile extract
+ Chocolate
+ Fruit juice, milk, coffee
o Spirits, up to 30%
+ Vinegar
+ Water, mineral water

**Adhesives and sealants**
- Acrylate sealing compound
o All-purpose adhesive
+ Insulating tape
o PATTEX® special-purpose glue
+ PERBUNAN®
o PLEXISOL® adhesive
o PLEXIT®
+ PLEXTOL® adhesive
- Polyurethane sealing compound
+ Sealing strips (EGO-FERM®, TEROSTAT® 81/86)
o Silicone
- Thiokol rubber (one-and-two component)

**Cosmetics, etc.**
- Camphor
+ DIPLONA® hair oil
+ Face tonic
+ Glycerine
+ Hair setting lotion (PRIMAWELL®)
- Nail varnishes
- Nail varnish removers
+ Ointments
+ Peat water
+ POLYCOLOR®
+ Seawater
+ Soaps
o Sprays

röhm
Degussa-Hüls Group

**Plastics**
+ Foam plastics
- Foam plastics, plasticised
+ Polyamide
+ Polyethylene
+ PVC
- PVC, plasticised
+ Rubber
- Rubber, plasticised

**Foods and spices**
+ Aniseed, bay leaf, nutmeg
- Cloves
+ Common salt
+ Honey, pure
+ Ice cream
+ Meat, fish
+ Pepper, cinnamon, onions
+ Pickles

**Cleaning agents**
**a) General**
Acids, see under chemicals
- Alcohol, concentrated
o Alcohol, up to 30%
Alkalis, see under chemicals
+ Ammonia solution
- Benzine, mixture, containing aromatics
+ Benzine, non-aromatic
+ Bleach
- Carbon tetrachloride
- Methylated spirits
- Perchloroethylene
+ Petroleum
+ Petroleum ether
+ Soap solution
+ Soda water
- Stain remover
- Trichloroethylene
+ Turpentine
+ Turpentine substitute

**b) Branded products**
+ AJAX®
+ ANTISTATISCHER KUNSTSTOFFREINIGER UND PFLEGER
+ BFK® cleanser
o BOLIMENT®
+ BÖTTCHERIN®
+ BURMAT®
+ BURNUS®
+ CILLIT-GRÜN®
+ DOR®
+ DOSYL®
+ DOSYLAN®
+ FAKO® Polish
+ FAKO® Polishing Paste
+ FEWA®

röhm
Degussa–Hüls Group

+ FRAPPIN®
+ FÜLLBOX®
+ LAVAPLEX®
+ NULL-NULL®
+ PERSIL®
+ PLEXIKLAR®
+ PRIL®
+ REI®
+ SEIFIX®
- SIDOLIN®
- SPECTROL®
+ SPÜLI®
+ WC-00®

**c) Cleaning agents for pipes and tanks**
+ CALGONIT® D, DA, S
+ NEOMOSCAN® M, M powder
+ Niroklar GR liquid
+ Niroklar GR powder
+ P3
o P3 basic cleaner
+ P 3-dix

**Pesticides**
- Sprays (applied directly)
o Sprays (applied in the air)
o Pesticides in aqueous solutions
+ NEXION® stable spray
+ RABOND® stable spray

**Protective coatings (strippable)**
+ DIEGEL® liquid film 23922
+ KOPPERSCHMIDT® covering paste
o SPRAYLAT

**Other substances**
+ Urine
- Fuel for petrol engines
o Fuel for diesel engines

**The symbols signify:**

**+ = resistant**
**o = conditionally resistant**
**– = not resistant**

**Note:**
**The commercial products mentioned in columns b), and especially those marked ®, have been tested on our products just once.**
**Different results may be obtained if manufacturers change their formulations.**

röhm
Degussa-Hüls Group

Our technical advice on the uses of our materials is given without obligation. The buyer is responsible for the application and processing of our products and is also liable for observing any third-party rights. Technical data concerning our products are typical values. Subject to alteration.

® = registered trademark

**PLEXIGLAS** = registered trademark of Röhm GmbH, Darmstadt

**Important notice**
This is an international English-language information prepared for several markets.
It is essential that the selection of particular materials and their methods of use conform with the requirements of national and local Building Regulations.
The availability of any particular product should be checked with your supplier.

Material Safety Data Sheet according to 91/155/EEC - ISO 11014-1

Incidur

## 1. Identification of the product and of the company

Identification of the product:

Incidur

disinfectant for inventary of op-tracts
Medical Devices CE 0297 class IIa

Company/undertaking identification:
Ecolab Deutschland GmbH, Postfach 130406,
40554 Düsseldorf, Tel.: 0211/9893-0

The Henkel information service also provides an around-the-clock telephone service on telephone No. ++49-(0)211/797-3350 for exceptional cases.

## 2. Composition/information on ingredients

Declaration according recommendation 89/542/EEC:
5 - 15 %: anionic surfactants,
below 5 %: nonionic surfactants,

Further ingredients: Antimicrobical agents, cleaning booster, complexing agent, dyestuff, purfum

Declaration of ingredients:

| | | |
|---|---|---|
| 8,8% | Glyoxal | |
| | Symbol: | Xn |
| | R-Phrases: | 20-36/38-40-43 |
| 4,5% | Glutaraldehyd | |
| | Symbol: | T/N |
| | R-Phrases: | 23/25-34-42/43-50 |
| 1 - 5% | nonionic surfactant | |
| | Symbol: | Xn |
| | R-Phrases: | 22-36 |
| 5 -15% | anionic surfactant | |
| | Symbol: | Xi |
| | R-Phrases: | 36/38 |

## 3. Hazards identification of the product

Xn Harmful
R 20/22: Harmful by inhalation and if swallowed
R 37/38: Irritating to respiratory system and skin
R 40: Possible risks of irreversible effects
R 41: Risk of serious damage to eyes
R 42/43: May cause sensitization by inhalation and skin contact

Please, pay attention to:
In Germany this product is subject to the
Pharmaceutical Directive (Arzneimittelgesetz), and to
the Medical devices Directive (Medizinproduktegesetz),
see chapter 15 "National regulations".

## 4. First aid measures

after inhalation:
Fresh air, consult doctor if complaint persist.

after skin contact:
Rinse with running water and soap. Skin care. Remove contaminated clothes.

after eye contact:
Immediately flush eyes with copious amounts of running water (for 10 minutes), see an oculist.

after ingestion:
Rinse out mouth, drink 1-2 glasses of water, seek medical advice.

## 5. Fire-fighting measures

Suitable extinguishing media:
suitable for all regular extinguishing materials

Extinguishing media which must not be used for safety reasons:
none known

Special exposure hazards arising from the product itself,
from combustion products or from resulting gases:
none known

Special protective equipment for firefighters:
Wear self-contained breathing apparatus.

## 6. Accidental release measures

Personal precautions:
Avoid contact with skin and eyes.
Ensure adequate ventilation.

Environmental precautions:
Do not allow large amounts to be released into the sewer system.

Methods of cleaning up/of removing:
Remove mechanically wash away residue with plenty of water;

Other indications:
Dilute small quantities with large amount of water and rinse.

## 7. Handling and storage

Handling:
no special measures required

Storage:
Store only in the original container.
Do not store at temperatures above 25 'C;

Storage Class: VCI-storage class: 10 (BRD)

## 8. Exposure controls / personal protection

Information on the system design:
No special measures required

Components with specific control parameters:
Glutaral
CAS-Nr.: 111-30-8
MAK: 0.1 ppm (0.4 mg/m3)

Personal protection:
The German accident prevention regulations (UVV) for health service and welfare (VBG 103 and GUV 8.1) specify in their Art. 7 the protective clothing to be worn for cleaning and disinfection measures.
Respiratory protection: when processing large amounts
Hand protection: protective gloves made of rubber
Eye protection: protective goggles

## 9. Physical and chemical properties

| | |
|---|---|
| Physical state: | liquid |
| Colour: | green |
| Odour: | aldehyde-like |
| pH: | (undiluted) (20'C) ca. 4,5 |
| Cloudpoint: | < 0 'C |
| Clarification point: | > 0 'C |
| Flash point: | >100'C DIN 51758/ISO 2719 (Pensky-Martens) |
| Relative density: | (20'C) 1,09 g/cm3 |
| Solubility: | (20'C) soluble in water |
| Viscosity: | (20'C) ca. 15 mPa.s Höppler |

## 10. Stability and reactivity

Conditions to avoid:
No decomposition if used according to specifications

Materials to avoid:
none known if used for its intended purpose

Hazardous decomposition products:
none if used for intended purpose none known

## 11. Toxicological information

Possible risks of irreversible effects

Inhalation:
Harmful by inhalation
Irritating to respiratory system

Ingestion:
Harmful if swallowed

Skin contact:
The product is irritant to skin and mucous membranes.

May cause sensitization by inhalation.
May cause sensitization by skin contact

Eye contact:
Risk of serious damage to eyes

## 12. Ecological information

Persistence and degradability:
This product contains surfactants which are at least 90 % biodegradable by reference to the German regulation June 4, 1986.

## 13. Disposal considerations

Waste key number according to (LAGA) (Länderarbeitsgemeinschaft Abfall)(Germany): 53507
EWC-Code: 070601
special waste incineration with the approval of the responsible local authority;

## 14. Transport information

Not a hazardous material according to RID/ADR, GGVS/ GGVE, ADNR, IMDG, ICAO-TI/IATA-DGR.

## 15. Regulatory information

Classification and labelling according to GefStoffV:

Symbols of danger:
Xn Harmful

Ingredients:
Glutaral (Glutaraldehyd), Glyoxal

R-phrases:
R 20/22: Harmful by inhalation and if swallowed
R 37/38: Irritating to respiratory system and skin
R 40: Possible risks of irreversible effects
R 41: Risk of serious damage to eyes
R 42/43: May cause sensitization by inhalation and skin contact

S-phrases:
S 23: Do not breathe spray
S 26: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice
S 28: After contact with skin, wash immediately with plenty of water
S 37/39: Wear suitable gloves and eye/face protection
S 2: Keep out of reach of children

National prescriptions:

Not a combustible liquid according to the regulations governing combustible liquids (VbF) in Germany.

WGK = 2, wassergefährdendes Produkt
WGK = 2 water-endangering product (manufacturer classification in conformity with the German VwVwS of May 17, 1999).

According to §2, para. 2 of the Hazardous Material Directive ("GefStoffV") of 01.11.93, the third section of the Hazardous Material Directive (identification and material safety data sheet) is not required for components or preparations listed in §2, para. 1 of the Chemicals Directive ("ChemG") of 25.07.94; these are:
-pharmaceuticals according to §2, para. 1 of the Pharm aceutical Directive of 24.08.76 (pharmaceuticals for h uman contact, i.e. all hand- and skin disinfectants.)
- other pharmaceuticals given to consumers in specific packing (e.g. pharmaceuticals without direct human co ntact as e.g. surface disinfectants)
- medical products according to §3, no.1, 2, 6, 7 and of the Medical Product Directive of 02.08.94 as e.g. disinfectants for medical instruments.
Although there is no requirement by law to identify or create material safety data sheets for pharmaceuticals or medicals products we have decided to do so in accordance with the Hazardous Material Directive.

## 16. Other information

This information is based on our current level of knowledge and relates to the product in the state in which it is delivered. It is intended to describe our products from the point of view of safety requirements and is not intended to guarantee any particular properties.

# Déclaration de décontamination et de retour

Les déclarations suivantes sont destinées à la santé et à la sécurité de nos employés. Remplir les formulaires et les joindre en cas de retour de lyophilisateurs, centrifigeuses, pièces détachées et accessoires. Nous regrettons de ne pouvoir effectuer aucune intervention avant d'avoir obtenu cette déclaration (nous conseillons de faire plusieurs copie de cette page).

!!!! IMPORTANT – Coller ce formulaire sur l'extérieur de l'emballage !!!!

## Déclaration de retour

| | OUI | NON |
|---|---|---|
| Déclaration de décontamination à l'intérieur : | | |
| | | |
| Appareil / composant contaminé : | | |
| | | |
| Appareil / composant non utilisé (neuf) : | | |

!!!! IMPORTANT – Coller ce formulaire sur l'extérieur de l'emballage !!!!

# Déclaration de décontamination

de lyophilisateurs, concentrateurs sous vide, centrifugeuses, accessoires et pompes à vide.

Cette déclaration doit être remplie uniquement par une personne habilitée.

Demande de réparation : _____

Commande No. : _____

Type d'appareil : _____ No. de série : _____

Type d'appareil : _____ No. de série : _____

Type d'appareil : _____ No. de série : _____

Type d'appareil : _____ No. de série : _____

Accessoires : _____

_____

**L'équipement est-il exempt de substances dangereuses?** **OUI** ○ **NON** ○

**Si non, quelle substance a été en contact avec l'équipement?**

**Nom des substances :** _____

_____

**Remarques (par exemple, ne toucher qu'avec des gants) :** _____

_____

Caractéristiques générales des substances :

| | | | |
|---|---|---|---|
| **Corrosive** | ○ | **Explosive** | ○ |
| **Risque biologique** | ○ | **Radioactive** | ○ |
| **Toxique** | ○ | | |

**Quelle combinaison de substances peut-elle entraîner la formation de matières dangereuses?**
**Nom des substances :** _____

_____

**Cet équipement a-t-il été nettoyé avant expédition?** **OUI** ○ **NON** ○

**Cet équipement a-t-il été décontaminé pour ne plus présenter de risque sanitaire?** **OUI** ○ **NON** ○

**Avant réparation, les composants contaminés par de la radioactivité doivent être décontaminés suivant les réglementations en cours de protection contre les radiations.**

Déclaration d'engagement légal

**Je soussigné déclare par la présente que les informations contenues dans cette déclaration sont correctes et complètes.**

**Entreprise / Institution :** _____

**Rue :** _____

**Code postal, commune :** _____

**Tél. :** _____ **FAX :** _____

**Nom :** _____

**Date :** _____ **Cachet :**

**Signature :** _____ _____